

Keamanan mainan – Bagian 5: Seperangkat mainan kimia selain dari perangkat percobaan





© BSN 2012

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar Isi

Daftar Isi	i
Prakata	v
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Seperangkat cetakan gypsum	3
4.1 Penandaan	3
4.2 Aturan keamanan	3
5 Keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/kaca yang digunakan untuk tempat pengerjaan miniatur	3
5.1 Preparasi bahan kimia	3
5.2 Penandaan	3
5.3 Aturan keamanan	3
6 Perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan dikeraskan dengan oven	4
6.1 Bahan kimia	4
6.2 Penandaan	4
6.3 Aturan keamanan	5
7 Perangkat cetakan plastik	5
7.1 Butiran polistiren	5
7.2 Perangkat pelek (embedding)	6
8 Perangkat tahapan pembuatan fotografi	6
8.1 Bahan kimia dan preparasi	6
8.2 Kemasan	6
8.3 Penandaan	7
8.4 Aturan keamanan	7
9 Perekat, cat, pernis, pelitur, tener dan bahan pembersih lainnya atau seperangkat model yang direkomendasikan	7
9.1 Umum	7
9.2 Perekat	8
9.3 Cat berbasis air dan pelitur	12
9.4 Cat berbasis pelarut, pelitur, tener dan larutan pembersih	13
10 Penandaan	14
10.1 Penandaan kemasan luar	14
10.2 Penandaan setiap wadah dan kemasan	14
11 Petunjuk penggunaan	14
11.1 Umum	14
11.2 Daftar isi	15
11.3 Saran untuk pengawas orang dewasa	15
11.4 Aturan keamanan	16
11.5 Petunjuk pelaksanaan aktifitas	16
11.6 Tumpahan dan pembuangan bahan kimia	16
12 Metoda uji	16
12.1 Umum	16
12.2 Penentuan kandungan unsur dalam keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/ kaca	16
12.3 Penentuan kandungan bahan pemlastis pada perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan dikeraskan dengan oven	21
12.4 Penentuan emisi dari benzena, toluen, dan xylen dari kandungan bahan pemlastis pada perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan perangkat cetakan plastik	29
12.5 Penentuan kandungan stiren dalam butiran polistiren	32

12.6	Identifikasi dan penentuan bahan kimia pada perangkat proses fotografi.....	35
12.7	Penentuan pelarut organik.....	50
12.8	Kombinasi untuk penentuan bahan pemlastis pada perekat berbasis pelarut, cat berbasis pelarut dan pelitur, zat pembentuk film/lapisan pada cat dan pelitur dan modifier pada cat berbasis pelarut dan pelitur	67
Lampiran A	(normatif) Lingkungan, kesehatan dan pengamanan	76
Lampiran B	(informatif) Kandungan pelarut dalam berbagai matrik dan konsentrasi maksimum yang diijinkan.....	77
Lampiran C	(informatif) Metoda pengujian awal untuk penentuan unsur dalam keramik dan bahan dilapisi porselen/kaca.....	78
Bibliografi	79
Tabel 1	- Bahan kimia – preparasi.....	4
Tabel 2	- Bahan pemlastis (pemlastis)	4
Tabel 3	- Polistiren	5
Tabel 4	- Nilai maksimum dari bahan kimia.....	6
Tabel 5	- Bahan dasar untuk perekat berbasis air dan cat berbasis air dan pelitur.....	8
Tabel 6	- Bahan khusus untuk perekat kertas dan kayu dan cat berbasis air dan pelitur.....	8
Tabel 7	- Bahan tambahan khusus untuk perekat cair untuk kertas dan kayu	8
Tabel 8	- Bahan khusus untuk perekat berbentuk batang untuk perekat kertas	9
Tabel 9	- Bahan dasar untuk perekat multifungsi	10
Tabel 10	- Bahan dasar untuk perekat kontak.....	10
Tabel 11	- Bahan dasar untuk perekat khusus	10
Tabel 12	- Pelarut	11
Tabel 13	- Pelarut organik dan bahan pembentuk film	12
Tabel 14	- Bahan dasar.....	13
Tabel 15	- Pelarut	13
Tabel 16	- Standar logam.....	17
Tabel 17	- Pereaksi.....	17
Tabel 18	- Panjang gelombang	18
Tabel 19	- Faktor koreksi	19
Tabel 20	- Ester asam ftalat	22
Tabel 21	- Asam adipat poliester.....	22
Tabel 22	- Ester asam sitrat	22
Tabel 23	- Ester asam alkilsulfonik.....	22
Tabel 24	- Pereaksi.....	23
Tabel 25	- Program Oven	23
Tabel 26	- Larutan stok I	25
Tabel 27	- Larutan stok II	25
Tabel 28	- Larutan kalibrasi.....	25
Tabel 29	- Standar	30
Tabel 30	- Pereaksi.....	30
Tabel 31	- Program Oven	30
Tabel 32	- Pelarut dan waktu retensi.....	30
Tabel 33	- Program Oven	33
Tabel 34	- Bahan anorganik pada perangkat fotografi.....	35
Tabel 35	- Pereaksi.....	35
Tabel 36	- Pereaksi.....	37
Tabel 37	- Pereaksi.....	38
Tabel 38	- Pereaksi.....	39
Tabel 39	- Pereaksi.....	40
Tabel 40	- Pereaksi.....	41
Tabel 41	- Bahan organik dalam fotografi.....	43
Tabel 42	- Sekuen dari elusi	45
Tabel 43	- Pereaksi.....	46

Tabel 44 - <i>Sequence of elution</i>	47
Tabel 45 - Pelarut/identifikasi.....	50
Tabel 46 - Pelarut	51
Tabel 47 - Pelarut	51
Tabel 48 - Pereaksi.....	52
Tabel 52 - Larutan standar I.....	55
Tabel 53 - Larutan standar II.....	55
Tabel 54 - Larutan standar III.....	55
Tabel 55 - Larutan standar IV	55
Tabel 56 - Larutan standar V	56
Tabel 57 - Larutan kalibrasi dalam air liur (saline) untuk pelarut dalam bahan berbasis cair.....	56
Tabel 58 - Larutan kalibrasi dalam DMF untuk pelarut berbasis material	56
Tabel 59 - Larutan kalibrasi untuk penentuan pelarut dengan HS GC FID	57
Tabel 60 - Larutan kalibrasi dalam DMF atau air liur (saline) untuk heksan	57
Tabel 61 - Larutan kalibrasi dalam DMF untuk 1 metoksipropen 2 ol.....	57
Tabel 62 - Larutan kalibrasi dalam air liur (saline) untuk 1 metoksipropen 2 ol, etanol dan propan 2 ol.....	57
Tabel 63 - Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dengan GC-MS	58
Tabel 64 - Larutan kalibrasi untuk 2 (2butoksietoksi) etil asetat	58
Tabel 65 - Larutan kalibrasi untuk butil glikolat.....	59
Tabel 66 - Larutan kalibrasi untuk kaprolaktam.....	59
Tabel 67 - Larutan kalibrasi untuk 2 metilpentan 2, 4 diol.....	59
Tabel 68 - Larutan kalibrasi untuk propan 1, 2-diol dengan GC FID.....	59
Tabel 69 - Faktor pengenceran untuk perhitungan pelarut dengan GC-MS dan GC-FID	61
Tabel 70 - Tipe waktu retensi untuk pelarut menggunakan Column polar (ZB-WAX)	62
Tabel 71 - Tipe waktu retensi untuk pelarut dengan menggunakan Column non polar (ZB-1)	63
Tabel 72 - Tipe waktu retensi untuk pelarut tertentu uji dengan GC-MS.....	64
Tabel 73 - Pereaksi.....	67
Tabel 74 - Pereaksi.....	68
Tabel 75 - Bahan kimia yang digunakan untuk identifikasi dan penentuan zat pembentuk film.....	71
Tabel 76 - Pereaksi.....	71
Tabel 79 - Nomor masa pada bahan kimia yang berbeda untuk SIM	72
Tabel 80 - Larutan kalibrasi bahan kimia 1 sampai 9 pada Tabel 75.....	73
Tabel 81 - Larutan kalibrasi.....	74
Tabel B1 - Kandungan pelarut dalam berbagaimatrik dan konsentrasi maksimum yang diijinkan	77
Tabel C.1 - Kandungan dari unsur	78
Gambar 1 - Total ion kromatogram untuk campuran ftalat	24
Gambar 2 - Total ion kromatogram untuk campuran ftalat.....	24
Gambar 3 - Spektra pada sodium disulfid	39
Gambar 4 - Spektra pada sodium sulfit.....	40
Gambar 5 - Kromatogram dari asam organik	45
Gambar 6 - Kromatogram dari N-(4-hidroksifenil) glisin, 4-(metilalin)fenol, dan 1-fenil-3-pyrazolidinon	47
Gambar 7 - Kromatogram dari campuran pelarut organik oleh HS-GC-FID menggunakan kolom polar 60 mx 0,32 mm x 0,5 µm.....	62
Gambar 8 - Kromatogram dari campuran pelarut organik oleh HS-GC-FID menggunakan kolom polar 60 mx 0,32 mm x 1,0 µm.....	63
Gambar 9 - Kromatogram: total ion kromatogram campuran pelarut organik oleh GC-MSD	65
Gambar 10 - FTIR-spectrum of nitrocellulose in reflection mode.....	69

Gambar 11 - Kromatogram film dari kromatografi gas untuk bahan kimia 1 s/d 9.....	72
Gambar 12 - Kromatogram film dari kromatografi gas Luwax E	73



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) dengan judul *Keamanan mainan – Bagian 5: Seperangkat mainan kimia selain dari perangkat percobaan*, merupakan seri dari standar keamanan mainan. Standar ini mengacu standar BS EN 71-5:2006, *Safety of toys - Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets*.

Standar ini dirumuskan oleh Subpanitia Teknis 97-01-S1 *Mainan Anak*, dari Panitia Teknis 97-01 *Rumah tangga, hiburan dan olah raga*. Standar ini telah dibahas dan disepakati dalam dalam rapat konsensus nasional di Jakarta pada tanggal 1 Desember 2011. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (stakeholder) terkait, yaitu perwakilan dari produsen, konsumen, pakar dan pemerintah.

Standar ini juga telah melalui jajak pendapat pada tanggal 13 Januari 2012 sampai dengan tanggal 13 Maret 2012 dengan hasil disetujui menjadi SNI.

Pemakai Standar ini agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Keamanan mainan – Bagian 5: Seperangkat mainan kimia selain dari perangkat percobaan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan dan metoda uji untuk zat dan bahan yang digunakan dalam seperangkat mainan kimia selain dari perangkat percobaan dan beberapa persyaratan untuk penandaan, peringatan, peraturan keamanan, daftar isi, petunjuk penggunaan dan informasi pertolongan pertama.

Standar ini berlaku untuk :

- perangkat cetakan gypsum;
- bahan dilapisi keramik/kaca yang digunakan pada barang-barang miniatur;
- model plastik PVC yang dicetak pengerasannya dengan pemanasan (oven);
- perangkat cetakan dari plastik;
- seperangkat perekat;
- seperangkat tahapan pembuatan fotografi;
- perekat, cat, pelitur, pernis, tener dan larutan pembersih yang disediakan atau seperangkat model yang direkomendasikan

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan standar ini. Untuk acuan bertanggung, hanya edisi tersebut yang digunakan, sedangkan untuk acuan tidak bertanggung maka acuan dengan edisi terakhir yang digunakan.

- ISO 3696-1987, *Water for analytical laboratory use – Specification and test method*
- SNI ISO 8124-3:2010, *Keamanan mainan – Bagian 3: Migrasi unsur tertentu*

3 Istilah dan definisi

3.1

perangkat cetakan gypsum

mainan yang terbuat dari gypsum (kalsium sulfat hemihidrat $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$) yang dicampur dengan air dan gypsum dan dibiarkan mengeras , pembuatan piring dan mainan pigura

3.2

keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/kaca yang digunakan untuk tempat pengerjaan miniatur

mainan yang mengandung keramik glasur dan enamel/porselin seperti kaca (transparan, kusam atau berwarna) dan setelah ditambahkan air untuk dilapisi pada keramik atau logam sehingga menghasilkan lapisan halus kemudian dikeringkan dan dibakar pada suhu diatas $700\text{ }^{\circ}\text{C}$

3.3

perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan dikeraskan dengan oven

mainan yang akan digunakan untuk membuat segala macam bentuk mainan pigura, bros, perhiasan fesyen dan lain-lain, dikeraskan dalam oven pada suhu antara $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampai dengan $130\text{ }^{\circ}\text{C}$

3.4**perangkat cetakan plastik**

mainan yang akan digunakan dalam menggantikan bahan keramik untuk membuat artikel dekoratif atau model perpaduan dari polimer yang dipanaskan dengan oven pada suhu maksimum 180 °C

3.5**perangkat pelek (embedding)**

mainan yang akan digunakan untuk melekatkan produk tertentu dalam bahan yang transparan

3.6**perangkat tahapan pembuatan fotografi**

mainan yang mengandung bahan kimia (bak pengembang, bak penghenti, bak perbaikan) untuk mengolah foto hitam putih dan mencetak dan dirancang untuk mempelajari prinsip dasar fotografi

3.7**perekat, cat, pernis, pelitur, tener dan bahan pembersih lainnya atau seperangkat model yang direkomendasikan**

produk yang digunakan untuk merakit dan melapisi model, seperti motor, pesawat, kapal, rumah

3.7.1**perekat**

bahan non logam mampu menyatu dengan bagian permukaan (direkat) dan kekuatan ikatannya cukup memadai

3.7.2**cat berbasis air**

bahan pigmen dalam bentuk cair bila diaplikasikan/diterapkan ke permukaan, saat kering akan memberikan lapisan film

3.7.3**cat dan pelitur yang mengandung pelarut**

pelapis yang berisi bahan pengikat, pelarut, pewarna, dan pigmen (unsur pewarna), pengisi dan pengubah

3.7.4**pernis**

pelitur yang mempunyai kekentalan rendah

3.7.5**tener dan bahan pembersih (pelarut)**

produk yang ditujukan untuk mendapatkan kekentalan yang dipersyaratkan pada cat dan minyak cat dan untuk membersihkan peralatan dan kuas

4 Seperangkat cetakan gypsum

CATATAN Bahan dasar gypsum bukan bahan berbahaya, tapi jika terhisap atau tertelan, dapat membentuk gumpalan pada paru-paru atau perut.

4.1 Penandaan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERHATIAN ! :

Untuk anak berumur diatas 5 tahun

Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

4.2 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 yang berisi aturan keamanan:

Dilarang meletakkan bahan/material dalam mulut

Dilarang menghisap debu atau bubuk

Dilarang meletakkan bahan pada badan

5 Keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/kaca yang digunakan untuk tempat pengerjaan miniatur

5.1 Preparasi bahan kimia

Keramik berglasir/berlapis dan enamel kaca adalah campuran dari lapisan silikat dengan logam oksida dan senyawa lainnya (Tabel 1). Jumlah berat setiap preparasi tidak melebihi 50 g.

5.2 Penandaan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak berumur diatas 5 tahun

Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

5.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 yang berisi aturan keamanan:

Dilarang meletakkan bahan/material dalam mulut

Dilarang menghisap debu atau bubuk

Dilarang menggunakan benda atau barang yang berhubungan dengan makanan dan minuman

Jauhkan dari makanan dan minuman

Proses pembakaran adalah bukan bagian dari fungsi mainan, jauhkan selama proses dan dilarang menghirup gas yang keluar.

Tabel 1 - Bahan kimia – preparasi

Bahan Kimia/preparasi	CAS no.	EINECS no.
Kalsium silikat hidrat (clay)	1344-96-3	-
Kaolin (china clay)	1332-58-7	-
Silikat glasur sedikit larut missal enamel dan keramik frits	65997-18-4	266-047-6
Hanya pigmen yang digunakan dalam glasur :		
Tembaga oksida	1317-38-0	215-269-1
Besi trioksida 5 %	1309-37-1	215-168-2
Besi-zirkonium-silikat 5 %	68412-79-3	270-210-7
Timah dioksida 10 %	18282-10-5	242-159-0
Vanadium-zirkonium- silikat 5 %	68186-95-8	269-057-9
(x) Aluminium (y) kobalt (z) oksida 3 %	1333-88-6	-
Zirkonium ortosilikat 15 %	10101-52-7	-
Zirkonium-praseodymium silikat 5 %	68187-15-5	269-075-7

Tabel 2 - Bahan pemlastis (pemlastis)

Bahan Kimia	CAS no.	EINECS no.
Asam adipat poliester	-	-
Ester asam alkilsulfonik (C12 to C20) of phenol	-	-
Phthalic acid esters with straight-chain-aliphatic (C6 upwards)-alcohols and mixtures of these esters	-	-
Tributilasetilsitrat	77-90-7	201-067-0
3-(2-etilhexil)-asetilsitrat	144-15-0	205-617-0

6 Perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan dikeraskan dengan oven

6.1 Bahan kimia

Perangkat model tanah liat yang mengandung PVC (*Polyvinylchlorida*), bahan pemlastis, bahan pengisi (tanah liat, *aluminium hidroksida*) dan pewarna. Hanya bahan pemlastis pada Tabel 2 yang diperbolehkan untuk digunakan. Kandungan bahan pemlastis tidak melebihi 30%. Kandungan monomer vinyl klorida harus kurang dari 1 mg/kg.

6.2 Penandaan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak berumur diatas 8 tahun

Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

6.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan:

- Dilarang memasukkan bahan/material ke dalam mulut;
- Suhu tidak boleh melebihi 130°C karena dapat menghasilkan gas yang berbahaya;
- Waktu pemanasan tidak boleh melebihi 30 menit;
- Proses pengerasan bukan bagian dari fungsi mainan dan harus dibawah pengawasan orang dewasa;
- Gunakan termometer oven seperti bimetal untuk mengukur suhu;
- Dilarang menggunakan termometer gelas;
- Dilarang menggunakan oven microwave.

7 Perangkat cetakan plastik

7.1 Butiran polistiren

7.1.1 Bahan kimia

Perangkat ini mengandung butiran polistiren yang berwarna dan tidak berwarna sesuai dengan Tabel 3.

Tabel 3 - Polistiren

Bahan kimia	CAS no.	EINECS
Polistiren dengan kandungan monomer stiren # 500 mg/kg	9003-53-6	-

7.1.2 Penandaan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERINGATAN ! :

- Hanya untuk anak berumur diatas 10 tahun
- Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

- Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

7.1.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan:

- Suhu tidak boleh melebihi dari 180 °C;
- Proses pelelehan yang bukan bagian dari fungsi mainan harus dibawah pengawasan orang dewasa;
- Gunakan termometer oven seperti bimetal untuk mengukur suhu
- Dilarang menelan bahan/material;
- Dilarang memanaskan bahan dan makanan dalam oven yang sama;
- Dilarang menggunakan termometer gelas;
- Dilarang melebihi waktu yang disarankan dalam setiap pengolahan;
- Dilarang menggunakan oven microwave.

7.2 Perangkat pelek (embedding)

Hanya pengawet makanan dan kosmetik yang diperbolehkan untuk dipergunakan, kecuali untuk penggunaan dalam jangka pendek.

7.2.1 Kemasan

Bahan pengawet yang digunakan harus tercantum pada kemasan luar.

7.2.2 Penandaan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak berumur di atas 5 tahun

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

7.2.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan:

Dilarang memasukkan bahan pengawet ke dalam mulut

8 Perangkat tahapan pembuatan fotografi

8.1 Bahan kimia dan preparasi

Hanya bahan kimia dan jumlah maksimum yang tertera dalam Tabel 4 harus disediakan dalam perangkat fotografi hitam putih. Jumlah tersebut berdasarkan pada pembuatan 4 bagian campuran yang terpisah dengan 0,51 bagian per larutan fotografi.

8.2 Kemasan

Bahan kimia harus dikemas sebagai persiapan untuk dicampur pada bak pengembang dan perbaikan (*the fixing bath*) untuk menghindari tumpahan.

Perangkat berisi kaca mata pengaman, sarung tangan dan pinset.

Tabel 4 - Nilai maksimum dari bahan kimia

Bahan kimia	Nilai maks per set	CAS no.	EINECS
Asam asetat 7% (V/V)	100 ml	64-19-7	200-580-7
Amonium tiosulfat	4 x 75 g	7783-18-8	231-982-0
Asam askorbat	4 x 10 g	50-81-7	200-066-2
Asam sitrat	5 g	77-92-9	201-069-1

Tabel 4 - Lanjutan

Bahan kimia	Nilai maks per set	CAS no.	EINECS
Dinatrium disulfit	4 x 10 g	7681-57-4	231-673-0
N(4 hidroksipenil)asam amino asetat	4 x 5 g	2298-36-1	218-947-5
N metil p-amino penol dan garamnya	4 x 5 g	55-55-0	200-237-1
1 penil pirazo-lidin -3 -one	4 x 1 g	92-43-3	202-155-1
Kalium bromide	4 x 0,5 g	7758-02-3	231-830-3
Natrium karbonat	4 x 20 g	497-19-8	207-838-8
Natrium sulfit	4 x 20 g	7757-83-7	231-821-4
Natrium tiosulfat	4 x 75 g	7772-98-7	231-867-5

8.3 Penandaan

8.3.1 Penandaan bagian luar kemasan

Bagian luar kemasan ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 12 tahun

Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Perangkat ini mengandung bahan kimia berbahaya

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

8.3.2 Penandaan setiap kemasan

Setiap wadah diberi peringatan sesuai 10.2.

8.4 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan:

Selalu gunakan kaca mata pengaman;

Selalu gunakan sarung tangan dan pinset;

Dilarang memasukkan larutan foto ke dalam mulut;

Dilarang mencampur bahan kimia saat sedang makan dan minum ;

Hindari kontak langsung bahan kimia dengan kulit dan mata;

Dilarang menelan bahan kimia;

Dilarang menghirup debu.

9 Perekat, cat, pernis, pelitur, tener dan bahan pembersih lainnya atau seperangkat model yang direkomendasikan

9.1 Umum

Perekat, cat, pelitur, pernis, tener dan bahan pembersih lainnya yang disediakan pada perangkat model harus sesuai dengan klausul 9. Petunjuk penggunaan disertakan dalam perangkat hanya menyebutkan perekat, cat, pelitur, pernis, tener dan bahan pembersih sesuai dengan pasal 9.

9.2 Perekat

9.2.1 Perekat berbasis air

Perekat berbasis air terdiri dari air, bahan dasarnya tertera pada Tabel 5, bahan yang khusus tertera pada Tabel 6 dan bahan pengawet, pengisi dan pengubah tertera pada Tabel 8. Bahan dasar perekat berbasis air sesuai dengan Tabel 5.

Tabel 5 - Bahan dasar untuk perekat berbasis air dancat berbasis air dan pelitur

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polimer akrilik	-	-
Poliuretan hidropilik yang berisi bebas grup isosianat atau komponen aromatik amin	-	-
Polimer dan kopolimer dengan monomer yang diijinkan untuk bahan yang berhubungan langsung dengan makanan	-	-
Polivinil asetat	9003-20-7	-
Polivinil alkohol	9002-89-5	209-183-3

Larutan migrasi menggunakan air *grade 3* (lihat ISO 3696). Waktu kontak dalam 1 jam pada suhu 40 °C.

9.2.1.1 Perekat cair untuk kertas dan kayu

Bahan khusus untuk perekat kertas dan kayu sesuai dengan Tabel 6.

Tabel 6 - Bahan khusus untuk perekat kertas dan kayu dan cat berbasis air dan pelitur

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Ester selulosa (spt karboksimetilselulosa, metilselulosa)	9004-67-5	-
Dekstrin	9004-53-9	232-675-4
Gum arabic	9000-01-5	232-519-5
Kanji atau kanji dimodifikasi	9005-25-8	232-679-6

Bahan tambahan khusus untuk perekat kertas dan kayu sesuai Tabel 7.

Tabel 7 - Bahan tambahan khusus untuk perkat cair untuk kertas dan kayu

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Butil glukolat < 3 %	7397-62-8	230-991-7
Kaprolaktam < 5 %	105-60-2	203-313-2
Gliserol	56-81-5	200-289-5
Poliakrilamid	9003-05-8	-
Asam poliakrilik	9003-01-4	-
Polietilen glikol	25322-68-3	-
Asam polimetakrilik	25087-27-7	-
Garam natrium untuk asam lemak (C ¹⁴ keatas)	25322-69-4	-
Sorbitol	-	-
50-70-4	50-70-4	200-061-5
2(2 butoksietoksi)etil asetat < 3 %	124-17-4	204-685-9
Xilitol	87-99-0	201-788-0

Polimer yang digunakan tertera pada Tabel 7.

Larutan migrasi menggunakan air *grade 3* (lihat ISO 3696). Waktu kontak dalam 1 jam pada suhu 40 °C.

Secara keseluruhan perekat cair untuk kertas dan kayu harus tidak mengandung lebih dari 10 % *butil glukolat, kaprolaktam dan 2-(2-butoksietoksi) etil asetat*.

9.2.1.1.1 Kemasan

Wadah untuk perekat berbasis air tidak boleh lebih dari 100 ml. Penggunaan bahan pengawet harus disebutkan pada kemasan luar.

9.2.1.1.2 Penandaan

Wadah perekat ditambahkan peringatan sesuai persyaratan 10.1 yang berisi:
PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 3 tahun
Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

9.2.1.2 Perekat berbentuk batang untuk kertas

Bahan khusus perekat batang untuk kertas sesuai Tabel 6, Tabel 7, dan Tabel 8.

Tabel 8 - Bahan khusus untuk perekat berbentuk batang untuk perekat kertas

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polivinil pirolidon	9003-39-8	-

Pelarut migrasi menggunakan air *grade 3* (lihat ISO 3696). Waktu kontak dalam 1 jam pada suhu 40 °C.

9.2.1.2.1 Kemasan

Berat dari perekat batang tidak lebih dari 50 g.

9.2.1.2.2 Penandaan

Kemasan, jika ada atau wadah perekat batang ditambahkan peringatan sesuai 10.1 yang berisi :

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 3 tahun
Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

9.2.2 Perekat berbasis pelarut

Perekat berbasis pelarut terdiri dari bahan kimia dari Tabel 5 sampai Tabel 12 dan ditambahkan pengisi, pengubah dan bahan pemlastis.

Perekat yang berisi bahan pemlastis tidak lebih dari 8 %. Untuk bahan pengubah tidak lebih dari 3 %.

9.2.2.1 Perekat multi fungsi

Bahan dasar perekat multi fungsi sesuai Tabel 9.

Tabel 9 - Bahan dasar untuk perekat multifungsi

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polimer akrilik	9003-01-4	-
Nitrat selulosa	9004-70-0	-
Polivinil asetat	9003-20-7	-
Kopolimer vinil asetat	-	-

9.2.2.2 Perekat kontak/*Contact adhesives*

Bahan dasar perekat kontak sesuai Tabel 10.

Tabel 10 - Bahan dasar untuk perekat kontak

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polimer dan kopolimer dengan monomer yang diijinkan berhubungan langsung dengan makanan	-	-
Poli(klorobutadien)	9010-98-4	-
Poliuretan	73561-64-5	-

9.2.2.3 Perekat khusus

Bahan dasar perekat khusus harus sesuai Tabel 11.

Bahan dasar perekat tertera pada Tabel 9 sampai Tabel 11.

Larutan migrasi menggunakan air *grade* 3 (lihat ISO 3696). Waktu kontak dalam 1 jam pada suhu 40 °C.

Tabel 11 - Bahan dasar untuk perekat khusus

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polimer akrilik	-	-
Polimer dan kopolimer dengan monomer yang diijinkan berhubungan langsung dengan makanan	-	-
Polistiren	9003-53-6	-
Kopolimer poli(vinil klorida)	-	-

Tabel 12 - Pelarut

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Aseton	67-64-1	200-662-2
Sikloheksan	110-82-7	203-806-2
Dietil keton	96-22-0	202-490-3
Etil asetat	141-78-6	205-500-4
Etil alkohol	64-17-5	200-578-6
Isopropil asetat	108-21-4	203-561-1
Isopropil alkohol	67-63-0	200-661-7
Metil asetat	79-20-9	201-185-2
Metil etil keton	78-93-3	201-159-0
Metil isopropil keton	563-80-4	209-264-3
N butil asetat	123-86-4	204-658-1
N propil asetat	109-60-4	203-686-1
1 metoksi 2 propanol	107-98-2	203-539-1
1,1 dimetoksietan	534-15-6	208-589-8
Fraksi petrol (60 sampai 140) °C (kandungan n heksan maksimum 5 %)	64742-89-8	265-192-2
Fraksi petrol (135 sampai 210) °C (kandungan n heksan maksimum 5 %)	64742-88-7	265-191-7

Kandungan maksimum metoksi -1 propanol -2 sebesar 20 %.

9.2.2.4 Kemasan

Isi dari wadah dalam satu perangkat harus tidak boleh lebih dari 15 g.

9.2.2.5 Penandaan

Kemasan bagian luar dari perangkat harus ditambahkan peringatan sesuai persyaratan pasal 10.1 yang berisi :

PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 8 tahun.
Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

Untuk wadah individu diberi tanda sesuai 10.2.

9.2.2.6 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan

Jauhkan dari sumber api;
Hindari kontak langsung perekat dengan kulit, mata dan mulut;
Dilarang menelan bahan perekat;
Dilarang menghirup uapnya.

9.3 Cat berbasis air dan pelitur

Cat berbasis air dan pelitur harus mengandung air, bahan pewarna, pengisi, pengawet, pengubah, bahan dasar sesuai Tabel 5, untuk bahan khusus sesuai Tabel 6, untuk pelarut organik dan bahan pembentuk film sesuai Tabel 13.

Kandungan pelarut organik dan bahan pembentuk film tidak boleh lebih dari 10 %. Hanya bahan pengawet makanan dan kosmetik yang dapat digunakan kecuali penggunaan dalam jangka pendek.

Tabel 13 - Pelarut organik dan bahan pembentuk film

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Di(2 metil propil ester dari asam alifatik dikarbonat (C20 -C33) Maksimum 2 % sebagai zat pembentuk film	-	-
Etanol Campuran ester alifatik dan alkohol (C12 - C14) Maksimum 2 % sebagai zat pembentuk film	64-17-5	200-578-6
1 metoksi 2 propanol	107-98-2	203-539-1
1,2 propandiol (propilen glikol)	57-55-6	200-338-0
2 metil 2, 4 pentanediol (heksilen glikol)	107-41-5	203-489-0
2 propanol	67-63-0	200-661-7
Fraksi petrol (60 sampai 140) °C Maksimum kandungan n heksan 5%	64742-89-8	265-192-2
Fraksi petrol (135 sampai 210) °C Maksimum kandungan n heksan 5 %	64742-88-7	265-191-7

Migrasi unsur dari bahan yang digunakan sesuai dengan batasan yang tertera pada Tabel 1 SNI ISO 8124-3:2010

9.3.1 Kemasan

Isi wadah dalam satu perangkat tidak boleh lebih dari 100 ml. Keberadaan bahan pengawet yang digunakan harus tercantum pada kemasan luar.

9.3.2 Penandaan

Kemasan atau wadah harus ditambahkan peringatan 10.1 yang berisi :
PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 8 tahun
Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

9.3.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan :

Hindari kontak langsung cat atau pelitur dengan kulit, mata dan mulut;
Dilarang meletakkan bahan cat atau pelitur pada mulut;
Dilarang menghirup uapnya.

9.4 Cat berbasis pelarut, pelitur, tener dan larutan pembersih

Cat yang berbasis pelarut dan pelitur mengandung pewarna, pengisi, pengubah, bahan dasarnya tertera pada Tabel 14 dan pelarut pada Tabel 13 dan Tabel 15. Kandungan pengubah (modifier) harus tidak lebih dari 3 %.

Untuk cat berbasis pelarut dan pelitur dibuat dengan nitroselulosa mengandung bahan pemlastis harus tidak lebih dari 5 %.

Tener dan larutan pembersih mengandung bahan kimia dengan jumlah tertera pada Tabel 3 dan Tabel 15 kecuali bahan pembentuk film. Cat dan pelitur mengandung isobutanol atau n butanol tidak boleh lebih dari 2 % dan metoksi-1 propanol-2 tidak lebih dari 20 %.

Isobutanol, n butanol dan metoksi-1 propanol-2 tidak boleh digunakan dalam tener dan larutan pembersih.

Wadah bertekanan (aerosol) tidak dapat digunakan untuk cat, pelitur, tener atau larutan pembersih. Migrasi unsur dari bahan yang digunakan sesuai dengan batasan yang tertera Tabel 1 pada SNI ISO 8124-3:2010.

Tabel 14 - Bahan dasar

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Polimer akrilik	-	-
Polimer alkid	-	-
Nitroselulosa	9004-70-0	-

Tabel 15 - Pelarut

Bahan kimia	CAS no	EINECS no.
Gliserol triasetat	102-76-1	203-051-9
Isobutanol	78-83-1	201-148-0
Metil etil keton (butan 2 one)	78-93-3	201-159-0
1 metoksi 2 propanol (PM)	107-98-2	203-539-1
1 metoksi 2 propil asetat (MPA)	108-65-6	203-603-9
N butanol	71-36-3	200-751-6
3 metoksi n butil asetat	4435-53-4	224-644-9

9.4.1 Kemasan

Isi maksimum dari wadah tidak lebih dari

- 15 ml untuk preparasi dengan titik nyala sampai 55 °C;
- 50 ml untuk preparasi dengan titik nyala lebih dari 55 °C.

9.4.2 Penandaan

Kemasan bagian luar harus ditambahkan peringatan sesuai 10.1 yang berisi :
PERINGATAN ! :

Hanya untuk anak yang berumur diatas 8 tahun

Untuk digunakan dibawah pengawasan orang dewasa

PERHATIAN ! :

Baca dan ikuti petunjuk secara teliti sebelum digunakan. Harap disimpan untuk referensi selanjutnya

9.4.3 Aturan keamanan

Petunjuk penggunaan harus ditambahkan dalam aturan yang diperlukan sesuai 11.4 berisi aturan keamanan :

- Jauhkan dari sumber api;
- Hindari kontak langsung cat atau pelitur dengan kulit, mata dan mulut;
- Dilarang meletakkan bahan pada mulut;
- Dilarang menghirup uapnya.

10 Penandaan

Penandaan harus sesuai dengan peraturan yang berlaku. Ukuran tinggi huruf minimal 7 mm yang digunakan untuk tulisan "PERINGATAN" dan "PERHATIAN".

Jika wadah terlalu kecil untuk memuat semua informasi yang diperlukan, maka petunjuk tambahan dalam bentuk selebaran dapat dimasukkan dalam kemasan.

Kemasan luar harus mencantumkan setiap bahan kimia yang direkomendasikan tetapi tidak termasuk bagian dari mainan.

Informasi keamanan lebih lengkap harus diberikan dalam petunjuk penggunaan.

10.1 Penandaan kemasan luar**10.1.1 Peringatan dan perhatian**

Kemasan luar harus tercantum kata peringatan dan perhatian sesuai pasal 4 sampai pasal 9.

10.2 Penandaan setiap wadah dan kemasan

Bilamana relevan, setiap wadah dan kemasan harus diberi informasi berikut :

- a. Nama bahan kimia atau preparasi dalam Tabel dan pasal yang relevan sesuai dengan bahan tertentu;
- b. Simbol bahaya dan peringatan keamanan/resiko.

11 Petunjuk penggunaan**11.1 Umum**

Petunjuk penggunaan harus diberikan dalam bahasa Indonesia.

Penandaan pada kemasan luar sesuai 10.1 harus diulang pada halaman muka pada petunjuk penggunaan.

Beberapa petunjuk penggunaan dan informasi tidak berlaku untuk persyaratan yang diberikan pada pasal 4 sampai pasal 9. Dalam hal kasus pengecualian, diberikan kata-kata modifikasi dan/atau tercatat.

11.2 Daftar isi

Daftar isi harus mengandung informasi :

- a. Kandungan bahan kimia yang digunakan, apabila relevan;
- b. Peringatan keamanan/resiko untuk setiap bahan, apabila relevan;
- c. Apabila relevan dan jika bahan maupun preparasi untuk bahan-bahan yang berbahaya, bagian yang kosong harus diberikan no. telpo darurat;
- d. Informasi pertolongan pertama pada kecelakaan sebagai berikut :
 - Bila terjadi kontak langsung dengan kulit dan terbakar : Cuci daerah yang terkena dengan air sebanyak mungkin minimal 15 menit dan mencari pertolongan medis.
 - Kalimat peringatan ini tidak berlaku untuk 4; 5; 6; 7.2.
 - Versi modifikasi untuk pasal 8 :
Bila terjadi kontak langsung dengan kulit: Cuci daerah yang terkena dengan air sebanyak mungkin minimal 15 menit.
 - Versi modifikasi untuk pasal 9.2.1, 9.2.2, 9.3, 9.4 :
Bila terjadi kontak langsung dengan kulit: Cuci daerah yang terkena dengan air sebanyak mungkin.
Bila terkena mata: Cuci mata dalam keadaan terbuka dengan air sebanyak mungkin. Segera mencari pertolongan medis.
 - Kalimat peringatan tidak berlaku untuk pasal 6, 7.1, 7.2;
Jika tertelan: Kumur dengan air, dan minum air segar. MUNTahkan dan segera mencari pertolongan medis.
 - Kalimat peringatan tidak berlaku untuk pasal 5, 6, 7.1, 9.2.1, , 9.2.2, , 9.3
Jika terhirup: Bawa orang tersebut ke tempat yang terbuka.
 - Kalimat peringatan tidak berlaku untuk pasal 4, 5, 7.2, 9.2.1.1, 9.2.1.2
 - Versi modifikasi untuk pasal 6
Dalam kasus menghirup gas beracun dan uap panas: Bawa orang tersebut ke tempat terbuka dan cari pertolongan medis segera.
Bila ada keraguan, segera cari pertolongan medis. Bawa bersama bahan kimia dan/atau wadah produknya.
 - Dalam kasus cedera, selalu cari pertolongan medis.

CATATAN 1 Informasi pertolongan pertama juga dapat dicantumkan dalam petunjuk pelaksanaan kegiatan.

- e. Informasi pertolongan pertama yang spesifik bilamana diperlukan

11.3 Saran untuk pengawas orang dewasa

Saran untuk pengawas orang dewasa, bilamana diperlukan, berisi informasi :

- a. Mainan bahan kimia ini hanya digunakan untuk anak berumur diatas tahun;
- b. Baca dan ikuti petunjuk penggunaan, aturan keamanan dan informasi pertolongan pertama dan simpan untuk penggunaan selanjutnya;
- c. Penggunaan yang salah terhadap bahan kimia dapat menyebabkan luka dan mengganggu kesehatan. Hanya dilakukan untuk kegiatan tersebut yang terdapat pada petunjuk;
- d. Karena perbedaan kemampuan anak yang sangat bervariasi, bahkan dalam kelompok umur, pengawas orang dewasa sebaiknya mempelajari pengecualian sebagaimana kegiatan yang tepat dan aman bagi mereka;
Petunjuk harus memungkinkan pengawas mengamati setiap aktivitas untuk menetapkan kesesuaian terhadap anak tertentu;
- e. Pengawas dewasa harus mendiskusikan dengan anak atau anak-anak mengenai peringatan, informasi keamanan, dan bahaya yang mungkin timbul sebelum memulai aktifitas. Perhatian khusus sebaiknya diberikan pada penanganan yang aman terhadap larutan basa, larutan asam dan cairan mudah terbakar;

- f. Kawasan disekitar aktifitas sebaiknya dijaga bersih dari halangan dan jauh dari tempat penyimpanan makanan. Kawasan tersebut juga harus berventilasi dan dekat dengan sumber air. Juga sebaiknya tersedia sebuah meja yang kuat dengan bagian atas yang tahan panas;
- g. Kawasan aktifitas harus segera dibersihkan setelah melakukan kegiatan tersebut.

11.4 Aturan keamanan

Aturan keamanan berikut harus diberikan :

- Jauhkan anak-anak di bawah batas usia yang ditentukan dan binatang piaraan dari kawasan beraktifitas.
- Simpan mainan dari bahan kimia dari jangkauan anak.
- Cuci tangan setelah melakukan aktifitas.
- Bersihkan peralatan setelah digunakan.
- Dilarang menggunakan peralatan yang tidak disediakan atau direkomendasikan berdasarkan petunjuk penggunaan.
- Dilarang makan, minum atau merokok di kawasan beraktifitas, dan bilamana diperlukan :

Aturan keamanan khusus sebagaimana yang tercantum pada pasal 4 sampai dengan pasal 9.

11.5 Petunjuk pelaksanaan aktifitas

Informasi rinci tentang bagaimana cara melakukan setiap aktifitas harus diberikan.

CATATAN Setiap bahaya yang timbul dari penggunaan harus dijelaskan secara rinci

11.6 Tumpahan dan pembuangan bahan kimia

Bilamana relevan, informasi tentang penanganan bahan yang tumpah dan pembuangan bahan kimia yang digunakan harus diberikan.

Petunjuk untuk pembuangan harus memperhatikan peraturan yang berlaku terkait pembuangan bahan kimia tersebut.

12 Metoda uji

12.1 Umum

Semua bahan kimia yang digunakan dalam uji sebaiknya yang grade analisis atau jika tidak tersedia menggunakan bahan kimia teknis. Persyaratan air grade 3 sesuai dengan ISO 3696 atau setara dan dapat dibuktikan air bebas analit Peralatan glassware menggunakan grade A.

12.2 Penentuan kandungan unsur dalam keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/ kaca

12.2.1 Prinsip

Keramik dan bahan glasur dilapisi porselin/kaca dilebur dengan menggunakan dilitium tetraborat. Setelah produk dilebur kemudian dilarutkan dengan asam klorida.

Pemisahan logam secara individu ditentukan dengan Atomic Emission Spectrometer.

12.2.2 Standar dan pereaksi

12.2.2.1 Standar

Larutan standar logam sebagai berikut :

Tabel 16 – Standar logam

Bahan kimia	Konsentrasi mg/l
Tembaga	1 000
Besi	1 000
Praseodymium	1 000
Kobalt	1 000
Zirkon	1 000
Vanadium	1 000
Timah	1 000

12.2.2.2 Pereaksi

Tabel 17 - Pereaksi

Bahan kimia	Konsentrasi mg/l
Di litium tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) Asam klorida	P(HCl)= 1,12 mg/l

12.2.3 Peralatan

CATATAN Tidak ada peralatan standar, hanya secara umum ada petunjuk penggunaan

12.2.3.1 Crucible platina

12.2.3.2 Muffle furnace, atau alat setara dengan temperatur lebih dari $(1\,000 \pm 50)^\circ\text{C}$

12.2.3.3 Timbangan analitik, presisi 0,1 mg

12.2.3.4 Peralatan gelas (beaker, corong, labu ukur, pipet)

Sebelum digunakan cuci dahulu dengan 10 % asam klorida (per volume)

12.2.3.5 Atomic emission spectrometer

12.2.4 Preparasi larutan standar

12.2.4.1 Larutan standar campuran I berisi unsur dengan konsentrasi (Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 10 mg/l.

Pipet $(1,0 \pm 0,01)$ ml dari 1 000 mg/l larutan standar setiap unsur (12.2.2.1) ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml asam klorida (12.2.2.2) dan campur serta impitkan dengan air.

CATATAN Larutan campuran I dapat disimpan pada suhu $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ selama 1 bulan

12.2.4.2 Larutan standar campuran II berisi unsur dengan konsentrasi (Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 5 mg/l.

Pipet $(50 \pm 0,05)$ ml dari larutan standar campuran I ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml asam klorida, campur dan impitkan dengan air. Larutan ini harus disiapkan selalu baru.

12.2.4.3 Larutan standar campuran III berisi unsur dengan konsentrasi (Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 1,0 mg/l.

Pipet ($10 \pm 0,02$) ml larutan standar campuran I ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 10 ml asam klorida, campur dan impitkan dengan air. Larutan ini harus disiapkan selalu baru.

12.2.5 Larutan blanko

Tambahkan 10 ml asam klorida dengan 90 ml air ke dalam labu polyetilen atau politetrafluoroetan (PTFE).

12.2.6 Pengambilan contoh

Ambil 3 bagian setiap warna pada material dan pisahkan dalam preparasinya.

CATATAN Homogenitas yang merupakan bagian uji tidak diperlukan karena bahan telah dicairkan atau sangat halus.

12.2.7 Preparasi

Timbang ($0,1 \pm 0,05$) g mendekati 0,001 g setiap uji pada crucible platina.

Tambahkan 1 g dilitium tetraborat ke dalam crucible dan campur dengan hati-hati.

Panaskan crucible ke dalam muffle furnace dengan suhu ($1\ 000 \pm 50$) °C selama 120 menit. Setelah didinginkan sampai suhu 500 °C ambil crucible dari muffle furnace dan pindahkan ke dalam beker berisi air. Tambahkan 20 ml asam klorida. Panaskan hingga mendidih sampai larut. Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 250 ml dan impitkan. Jika silikon dioksida mempercepat pelarutan, saring dan ambil dari filtratnya.

12.2.8 Prosedur

Penentuan konsentrasi unsur dengan menggunakan panjang gelombang sesuai Tabel 18. Untuk mengantisipasi interferensi dipilih alternatif panjang gelombang.

Tabel 18 - Panjang gelombang

Unsur/elemen	Panjang gelombang (nm)
Tembaga (Cu)	324,752
Besi (Fe)	259,942
Praseodimium (Pr)	422,285
Kobalt (Co)	228,616
Zirkon (Zr)	339,198
Vanadium (V)	292,399
Timah (Sn)	189,932

Fungsi kalibrasi diukur setelah dilakukan verifikasi. Penentuan larutan blanko dilakukan sebelum penentuan larutan uji. Kalibrasi kembali untuk instrumen yang sering digunakan. Untuk menghindari efek memori lakukan juga dengan larutan blanko.

12.2.9 Evaluasi hasil uji

12.2.9.1 Umum

Nilai rata-rata dari 3 bagian yang diambil sebagai berikut :
Kandungan logam dapat dihitung sesuai persamaan (1):

$$Mm = \frac{(C - C_{\text{blanko}}) \times V \times f}{W \times 10\,000} \quad (1)$$

Keterangan :

Mm	Kandungan logam dalam (% berat);
C	Konsentrasi logam dalam larutan uji (mg/l);
C blanko	Konsentrasi logam dalam larutan blanko (mg/l);
V	Volume (ml);
f	Faktor pengenceran;
W	Berat (g).

Perhitungan kandungan elemen dibandingkan dengan konsentrasi maksimum yang diijinkan dalam komponen sesuai Tabel C1. Jika konsentrasi tidak lebih dari yang dipersyaratkan SNI 6527-5, maka memenuhi syarat.

Jika konsentrasi lebih dari konsentrasi komponen maka dihitung sesuai persamaan (2) dan 12.2.9.2

$$Mm = \frac{(C - C_{\text{blanko}}) \times V \times f \times f_m}{W \times 10\,000} \quad (2)$$

Keterangan :

Mm	Kandungan logam dalam (% berat)
C	Konsentrasi logam dalam larutan uji (mg/l)
C blanko	Konsentrasi logam dalam larutan blanko (mg/l)
V	Volume (ml)
f	Faktor pengenceran
W	Berat (g)
Fm	Faktor perhitungan dari logam ke logam oksida

Untuk faktor konversi (f) sebagai logam sendiri/individual seperti pada Tabel 19.

Tabel 19 - Faktor koreksi

Komponen	Unsur/elemen	Faktor koreksi
Koper oksida	Cu	1,251 8
Besi trioksida (Fe ₂ O ₃)	Fe	1,429 7
Dipraseodimium trioksida (Pr ₂ O ₃)	Pr	1,170 3
Kobalt oksida(CoO)	Co	1,271 5
Zirkon dioksida	Zr	1,350 8
Divanadium pentaoksida (V ₂ O ₅)	V	1,785 2
Timah dioksida (SnO ₂)	Sn	1,269 6

12.2.9.2 Perhitungan kandungan pigmen dalam yang dilapisi pernis

12.2.9.2.1 Konsentrasi tembaga oksida (Cu O) dan platina dioksid (Sn O₂)

Konsentrasi tembaga oksida dan platina dioksida sesuai persamaan (2)

12.2.9.2.2 Perhitungan konsentrasi aluminium kobalt oksida (CoO.Al₂O₃)

Perhitungan konsentrasi aluminium kobalt oksida (CoO.Al₂O₃) dari perkalian antara CoO sesuai persamaan (2) dengan faktor 2,360 7.

$$\text{CoO} \times 2,360\ 7 = \text{CoO.Al}_2\text{O}_3 \quad (3)$$

12.2.9.2.3 Perhitungan konsentrasi praseodymium zirkonium silikat (Pr₂O₃ + ZrSiO₄)

Konsentrasi prasedymium zirkonium silikat adalah perkalian nilai Pr₂O₃ sesuai persamaan (2) dengan faktor 1,555 8.

$$\text{Pr}_2\text{O}_3 \times 1,555\ 8 = \text{Pr}_2\text{O}_3 + \text{ZrSiO}_4 \quad (4)$$

12.2.9.2.4 Perhitungan konsentrasi vanadium zirckonium silicate (V₂O₄ +ZrSiO₄)

Nilai dari vanadium zirkonium silicate dari perkalian V₂O₅ sesuai persamaa (2) dengan faktor 1,919 8.

$$\text{V}_2\text{O}_5 \times 1,919\ 8 = \text{V}_2\text{O}_4 + \text{ZrSiO}_4 \quad (5)$$

12.2.9.2.5 Perhitungan konsentrasi dari besi oksida (Fe₂O₃), besi zirkonium silika (Fe₂O₃+ZrSiO₄) dan zirkonium orto silikat (ZrSiO₄)

Perhitungan konsentrasi total Fe₂O₃, V₂O₅, Pr₂O₃ dan ZrO₂ sesuai persamaan (2).
Jika mengandung Pr₂O₃, maka konsentrasi (Pr₂O₃+ZrSiO₄) dihitung sesuai persamaan (4).
Kandunga ZrO₂(a) dihitung dengan perkalian konsentrasi dari (Pr₂O₃+ZrSiO₄) dengan faktor 0,240 1.

$$(\text{Pr}_2\text{O}_3 + \text{ZrSiO}_4) \times 0,240\ 1 = \text{ZrO}_2\ (a) \quad (6)$$

Jika mengandung V₂O₅, Konsentrasi (V₂O₄ + ZrSiO₄) dihitung sesuai persamaan (5).

Kandungan ZrO₂(b) dihitung dengan perkalian konsentrasi (V₂O₄ + ZrSiO₄) dengan faktor 0,352 9

$$(\text{V}_2\text{O}_4 + \text{ZrSiO}_4) \times 0,352\ 9 = \text{ZrO}_2(b) \quad (7)$$

Nilai ZrO₂ (a) dan ZrO₂(b) ditambahkan dan dikurangi total ZrO₂

$$\text{ZrO}_2\ \text{total} - (\text{ZrO}_2\ (a) + \text{ZrO}_2\ (b)) = \text{ZrO}_2\ (c) \quad (8)$$

Konsentrasi besizirkonium silikat (Fe₂O₃+ZrSiO₄) dihitung dari nilai Fe₂O₃ sesuai persamaan (2).

Nilai Fe₂O₃ dikalikan dengan faktor 2,147 8

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \times 2,147\ 8 = \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ZrSiO}_4 \quad (9)$$

Nilai ZrO₂ (d) dihitung dengan perkalian konsentrasi (Fe₂O₃+ZrSiO₄) dengan faktor 0,359 3.

$$(\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ZrSiO}_4) \times 0,359\ 3 = \text{ZrO}_2\ (d) \quad (10)$$

Jika ZrO₂ (c) > ZrO₂ (d), perbedaan ZrO₂ (c) – ZrO₂ (d) dihitung ZrO₂ (e)

$$\text{ZrO}_2\ (c) - \text{ZrO}_2(d) = \text{ZrO}_2\ (e) \quad (11)$$

Nilai ZrSiO_4 murni dihitung dengan perkalian konsentrasi $\text{ZrO}_2(\text{e})$ dengan faktor 1,487 6

$$\text{ZrO}_2 (\text{e}) \times 1,487\ 6 = \text{ZrSiO}_4 \text{ murni} \quad (12)$$

Jika $\text{ZrO}_2 (\text{c}) < \text{ZrO}_2(\text{d})$, konsentrasi $(\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{ZrSiO}_4)$ dihitung $\text{ZrO}_2 (\text{c})$ dikalikan faktor 2,783 6.

$$\text{ZrO}_2 (\text{c}) \times 2,783\ 6 = \text{Fe}_2\text{O}_3+\text{ZrSiO}_4 \quad (13)$$

Nilai $\text{Fe}_2\text{O}_3 (\text{a})$ dihitung dengan perkalian konsentrasi $(\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{ZrSiO}_4)$ dengan faktor 0,465 6

$$\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{ZrSiO}_4 \times 0,465\ 6 = \text{Fe}_2\text{O}_3 (\text{a}) \quad (14)$$

Konsentrasi besi oksida murni (Fe_2O_3 murni) perbedaan antara total (Fe_2O_3) dengan $\text{Fe}_2\text{O}_3 (\text{a})$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ total} - \text{Fe}_2\text{O}_3 (\text{a}) = \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ murni} \quad (15)$$

12.2.10 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- Metoda uji;
- Laporan uji dinyatakan sebagai % (b/b) dan kandungan dibulatkan ke 0,01 %, tetapi tidak lebih dari tiga digit;
- Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- Tanggal uji.

12.3 Penentuan kandungan bahan pemlastis pada perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan dikeraskan dengan oven

12.3.1 Prinsip

Bahan pemlastis ditentukan oleh larutan ekstraksi yang dapat diukur ekstrak bahan pemlastis dari berat bahan PVC dengan *soxhlet extractor*.

Heksan digunakan untuk mengekstraksi ester asam ftalat, ester asam sitrat dan ester asam alkil sulfonat. Metanol digunakan untuk mengekstraksi asam adipat poliester.

Indikasi kandungan bahan pemlastis dapat ditentukan dengan evaporasi tanpa pelarut dan ditimbang residu pelarut dan identifikasi bahan pemlastis dengan *Attenuated Total Reflectance – Fourier Transform Infra Red (ATR-FTIR) spectrometry*.

Penentuan kandungan bahan pemlastis dengan *Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)* untuk ester asam ftalat. Ester asam adipat ditentukan dengan Grafimetri. Metoda ini juga bagian juga digunakan untuk penentuan bahan pemlastis dalam perekat berbasis pelarut dan cat berbasis pelarut dan minyak cat.

12.3.2 Standar dan pereaksi

12.3.2.1 Standar

CATATAN Bahan kimia (kecuali sitrat) adalah untuk persyaratan pada Tabel 17.

Tabel 20 - Ester asam ftalat

Bahan kimia	CAS no.
Bis(2 etileksil)ftalat (DEHP)	117-81-7
Diisononil ftalat (DINP)	28553-12-0
Diisodesil ftalat (DIDP)	26761-40-0
Benzil butil ftalat (BBP)	85-68-7
Di n butil ftalat (DBP)	84-74-2
Di n heksil ftalat (DNHP)	84-75-3
Di n heptil ftalat (DNHPp)	3648-21-3
D n oktil ftalat (DNOP)	117-84-0
Di n nonil ftalat (DNP)	84-76-4
Di n desil ftalat (DDP)	84-77-5
<p>CATATAN 1 Bahan kimia DEHP, DINP, DIDP, BBP, dan DBP digunakan untuk model mainan tanah liat dan tidak boleh digunakan model mainan tanah liat yang mengandung PVC</p> <p>CATATAN 2 Bahan kimia DINP dan DIDP adalah campuran isomer dan <i>homologues</i></p>	

Tabel 21 - Asam adipat poliester

Kimia	Nama dagang	CAS no.
Asam heksanedioik, polimer dengan propan 1, 2 diol, asetat	Palamoll ^{a)} 632 & 636	55799-38-7
Asam heksanedioik, polimer dengan butan 1, 3 diol dan butan 1,4 diol, asetat	Palamoll ^{a)} 646	150923-12-9
Asam heksanedioik, polimer dengan 2,2 dimetilpropan 1, 3 diol dan propan 1, 2 diol, ester isononil	Palamoll ^{a)} 652	208945-13-5
Asam heksanedioik, polimer dengan 2,2 dimetilpropan 1, 3 diol dan asam 3 hidroksi 2,2 dimetilpropanoik ester isononil	Palamoll ^{a)} 858	208945-11-3
Tidak ada nama kimianya	Paraplex ^{b)} G-40	39363-92-3
<p>^{a)} Polimer bahan pemlastis derivat dari asam adipat dan polihidrik alkohol</p> <p>^{b)} Adipat poliester</p> <p>CATATAN Nama dagang asam adipat poliester salah satu tipe bahan pemlastis</p>		

Tabel 22 - Ester asam sitrat

Bahan kimia	CAS no
Tributil asetilsitrat	77-89-4
Tris(2 etilheksil) asetilsitrat	144-15-0

Tabel 23 - Ester asam alkilsulfonik

Bahan kimia	CAS no
Ester alkilsulfonik penil	91082-17-6

12.3.2.2 Pereaksi

Tabel 24 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no
Heksan	110-54-3
Metanol	67-56-1

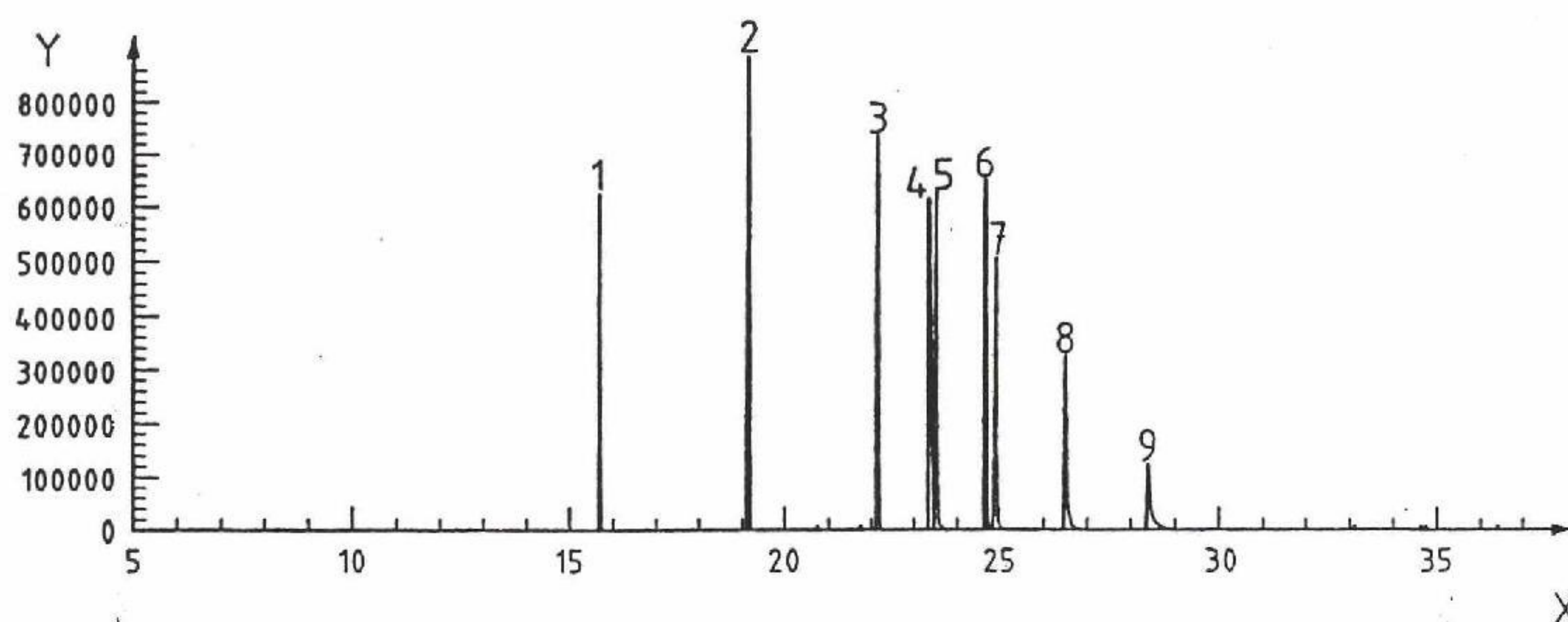
12.3.3 Peralatan

- 12.3.3.1 Timbangan dengan presisi 0,1 mg
 12.3.3.2 *Heating mantle/water bath*
 12.3.3.3 Oven, kemampuan suhu (105 ± 5) °C
 12.3.3.4 Desikator
 12.3.3.5 Erlenmeyer dengan tutupnya kapasitas 150 ml atau 250 ml
 12.3.3.6 *Soxhlet extractor*
 12.3.3.7 *Soxhlet cellulose thimble*
 12.3.3.8 Pendingin kondensor
 12.3.3.9 Kapas wol
 12.3.3.10 Labu ukur
 12.3.3.11 Wadah gelas lainnya
 12.3.3.12 Pisau stainless
 12.3.3.13 Peralatan gelas
 12.3.3.14 *Attenuated Total Reflectance – Fourier Transform Infra Red spectrometry (ATR-FTIR)*
 12.3.3.15 *Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)*
Column : 50% phenyl-50% dimethylpolysiloxane(ZB-50), 30 mx 0,25 mm(ID) x 0,25 µm
Carrier gas : Helium
Flow rate : 0,8 ml/min
Injection temperature : 290 °C
Injection volume : 2 µL
Injection type : splitless
Transfer line temperature : 280 °C
Detector scan range : 50 m/z - 550 m/z
Run time : 37 min

Tabel 25 – Program Oven

Ramp	Suhu awal (°C)	Hold time (menit)	Rate °C/menit	Suhu akhir (°C)	Final hold time (menit)
1	60	1	10	290	
2	200	5	5	320	5

Quantitation ions : Main target ion m/z
 Ester asam ftalat : 149
 Ester asam sitrat : 157
 Ester asam Alkyl sulfonat : 94
 Tipe kromatogram untuk ester asam ftalat seperti dibawah ini:

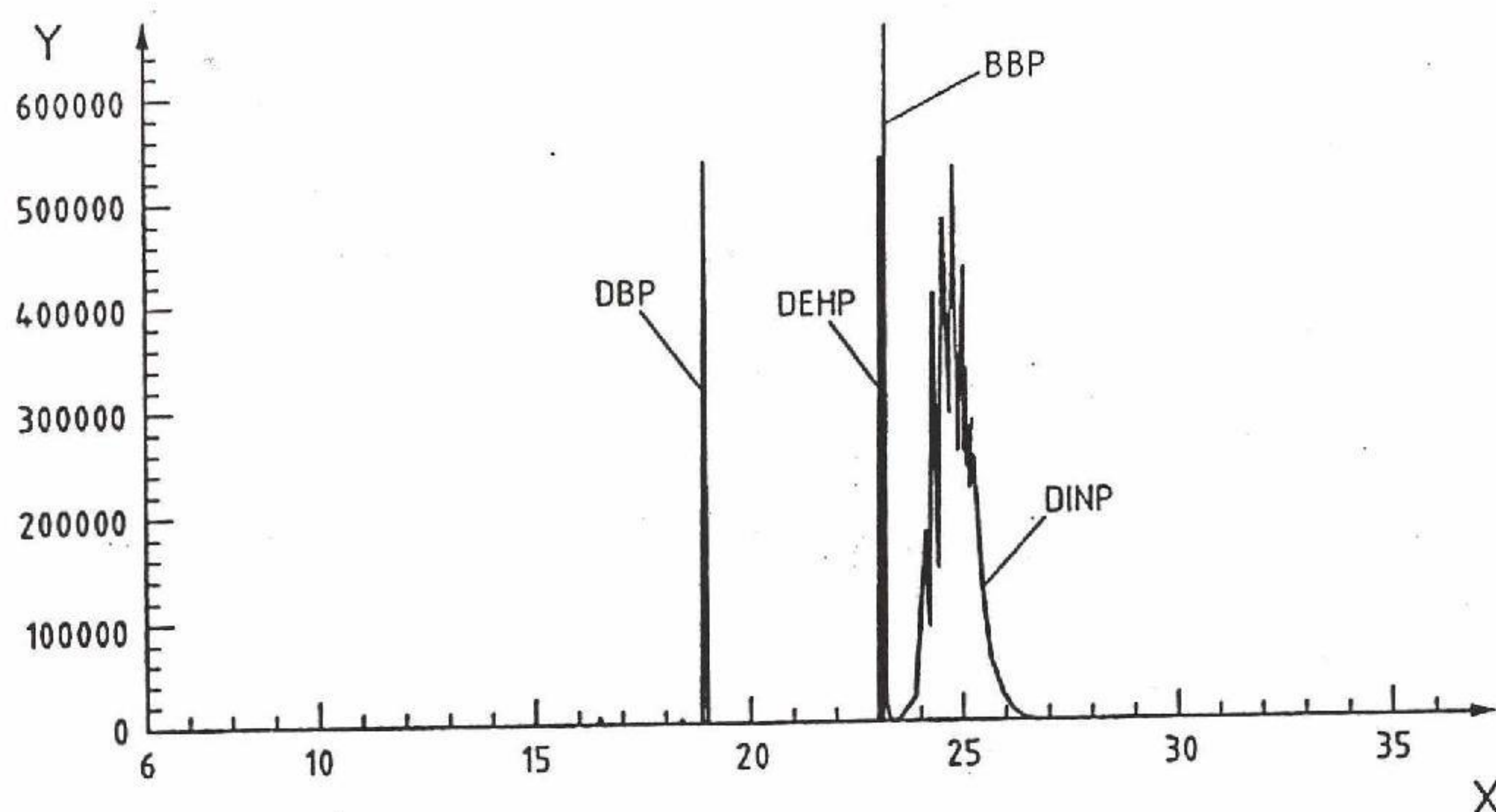


Campuran 1:

- | | |
|---|--------------------------|
| 1. dietil ftalat | 6. di-sikloheksil ftalat |
| 2. di-n-butyl ftalat | 7. di-n-oktil ftalat |
| 3. di-n-heksil ftalat | 8. di-n-nonil ftalat |
| 4. bensil butil ftalat dan bis(2-etilheksil) ftalat | 9. di-n-desil ftalat |
| 5. di-n-heptil ftalat | |

CATATAN 1,2,4 dan 6 adalah bahan yang tidak diijinkan.

Gambar 1 - Total ion kromatogram untuk campuran ftalat



Campuran 2 (10 µg/ml)

- DBP, di-n-butyl ftalat
 DEHP, bensil butil ftalat
 BBP, bis(2-etilheksil) ftalat
 DINP, di-iso-nonil ftalat

Gambar 2 – Total ion kromatogram untuk campuran ftalat

12.3.4 Preparasi larutan standar

12.3.4.1 Larutan stok

Siapkan larutan stok standar ftalat, sitrat dan ester asam alkilsulfonik dalam Heksan.

Tabel 26 - Larutan stok I

Larutan stok	Pelarut	Ester	Konsentrasi µg/ml
Ester asam ftalat 1a	Heksan	Diisononil ftalat (DINP)	5 000
Ester asam ftalat 1b	Heksan	Diisodesil ftalat (DIDP)	5 000
Ester asam ftalat 1c	Heksan	Bis(2 etileksil)ftalat (DEHP)	500
		Benzil butil ftalat (BBP)	500
		Di-n-butyl ftalat (DBP)	500
		Di-n-heksil ftalat (DNHP)	500
		Di-n-heptil ftalat (DNHpP)	500
		Di-n-oktil ftalat (DNOP)	500
		Di-n-nonil ftalat (DNP)	500
		Di-n-desil ftalat (DDP)	500
Ester asam sitrat 3a	Heksan	Tributil asetatsitrat	1 000
Ester asam sitrat 3b	Heksan	Tris(2-etilheksil)asetilsitrat	1 000
Ester asam alkilsulfonik	Heksan	Ester penil asam alkilsulfonik	5 000

Siapkan larutan stok standar dari asam adipat poliester yang larut dalam metanol.

Tabel 27 - Larutan stok II

Larutan stok	Pelarut	Ester	Konsentrasi µg/ml
Asam adipat poliester 2a	metanol	Palamoll 632 atau 636	5 000
Asam adipat poliester 2b	metanol	Palamoll 646	5 000
Asam adipat poliester 2c	metanol	Palamoll 652	5 000
Asam adipat poliester 2d	metanol	Palamoll 654 atau 656	5 000
Asam adipat poliester 2e	metanol	Palamoll 858	5 000
Asam adipat poliester 2f	metanol	Paraplex G 40	5 000

CATATAN Terutama larutan stok standar asam adipat poliester digunakan untuk identifikasi.

12.3.4.2 Larutan kalibrasi

Siapkan larutan kalibrasi (standar 1 sampai standar 5) yang berisi campuran larutan stok standar dalam pelarut yang sesuai dengan menggunakan pipet masukkan dalam labu ukur 100 ml dan impitkan dengan heksan. Tabel 28 terlihat konsentrasi setiap analit pada larutan kalibrasi.

Tabel 28 - Larutan kalibrasi

Larutan stok	Konsentrasi µg/ml				
	Std 1	Std 2	Std 3	Std 4	Std 5
Larutan stok 1a	50	125	250	375	500
Larutan stok 1b	50	125	250	375	500
Larutan stok 1c	10	15	250	375	500
Larutan stok 3 (a)	10	15	250	375	500
Larutan stok 3 (b)	50	100	150	200	250
Larutan stok 4	10	15	250	375	500

12.3.4.3 Stabilitas larutan standar

Larutan standar terlihat untuk larutan bahan pemlastis dan larutan kalibrasi stabil dalam waktu 6 bulan yang disimpan pada suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

12.3.5 Pengambilan

Model mainan tanah liat yang komersial umumnya di retail kemasannya berbentuk balok. Contoh uji mewakili uji dapat diambil tanpa perlakuan lebih lanjut.

12.3.6 Preparasi

Setiap contoh uji dipanaskan dalam erlenmeyer yang dilengkapi tutup (12.3.3.5) ditandai A dan B dalam oven (12.3.3.3) pada suhu $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ selama (30 ± 5) menit.

Angkat erlenmeyer dari oven dan dinginkan pada desikator selama (30 ± 5) menit.

Setelah dingin, timbang erlenmeyer dan catat beratnya. Dengan menggunakan pisau atau alat pemotong lainnya, potong kecil-kecil yang mewakili ($< 5 \text{ mm}$) dari bagian tengah maupun samping contoh uji.

Timbang $(1 \pm 0,2) \text{ g}$ contoh uji masukkan ke dalam soxhlet thimble dan masukkan $0,2 \text{ g}$ kapas-wol dibagian atas thimble sehingga untuk mencegah larutan anorganik keluar dari thimble.

12.3.7 Prosedur

CATATAN Semua pencegahan untuk keamanan harus diamati ketika menangani bahan kimia dan peralatan.

12.3.7.1 Ekstraksi ester asam ftalat, ester asam sitrat, dan ester asam alkil sulfonik

Tambahkan $(50 \pm 1) \text{ ml}$ heksan dalam erlenmeyer A.

Letakkan soxhlet thimble ke peralatan soxhlet ekstraktor dan hubungkan dengan erlenmeyer A, soxhlet ekstraktor dan kondensor kemudian letakkan dalam heating mantle (pemanas). Reflux selama $6 \text{ jam} \pm 30 \text{ menit}$. Setelah 6 jam matikan heating mantle dan diamkan hingga heksan dingin.

Tuangkan sisa larutan heksan yang tertinggal dalam soxhlet ekstraktor ke dalam erlenmeyer A.

12.3.7.2 Ekstraksi asam adipat poliester

Ulangi pengerjaan 12.3.7.1 dengan penimbangan erlenmeyer B dan tambahkan $(50 \pm 1) \text{ ml}$ metanol.

CATATAN Tergantung ukuran peralatan gelas yang digunakan penambahan metanol dapat disesuaikan.

12.3.7.3 Evaporasi larutan dan penimbangan

Letakkan erlenmeyer A dan B pada bak pemanas dan biarkan kedua larutan heksan dan metanol menguap.

Setelah melakukan evaporasi, letakkan erlenmeyer A dan B ke dalam oven dengan suhu $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Setelah (30 ± 5) menit ambil kedua erlenmeyer tersebut dan letakkan dalam desikator. Setelah (30 ± 5) menit dinginkan, timbang erlenmeyer A dan B dan catat.

Letakkan erlenmeyer dalam oven, keringkan sampai berat tetap, sampai perbedaan penimbangan tidak lebih dari 0,0 005 g.

Catat berat dan penentuan kandungan larutan ekstrak dari kedua pelarut.

12.3.7.4 Penentuan larutan blanko

Penentuan kandungan residu pelarut blanko dengan evaporasi masing-masing 50 ml heksan dan 50 ml metanol, letakkan dalam erlenmeyer C dan D ikuti 12.3.6 dan 12.3.7.1. Jika dihitung nilai residu blanko untuk pelarut $\geq 0,001$ g, pengulangan uji dengan berbeda tempat nilai dari larutan blanko $< 0,001$ g.

12.3.7.5 Penentuan ester dari asam ftalat, asam sitrat dan asam adipat poliester dengan menggunakan GC-MS

Setelah penimbangan sesuai 12.3.7.1 dan tambahkan (50 ± 2) ml heksan ke dalam erlenmeyer A. Tutup botol A dan alirkan dengan heksan sehingga bahan pemlastis plastik/batang larut sempurna. Tuangkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 250 ml dan bilas botol A dengan heksan masukkan ke dalam labu ukur dan impitkan. Jika perlu siapkan pengenceran contoh uji sehingga konsentrasi dalam larutan masuk dalam kurva kalibrasi.

Masukkan dalam *vial* dan tutup untuk diuji di GC-MS (kondisi GC seperti 12.3.3.14).

Bandingkan perolehan GC-MS pada ester standar untuk identifikasi kualitatif bahan pemlastis.

Plot kurva kalibrasi pada respon ester yang diketahui konsentrasi standar.

Dengan kurva kalibrasi, interpolasi konsentrasi ester dalam $\mu\text{g/ml}$ pada contoh uji, kalikan dengan faktor pengenceran apabila ada.

12.3.7.6 ATR-FTIR identifikasi ester asam adipat poliester

Setelah selesai penimbangan sesuai 12.3.7.2 tambahkan (50 ± 2) ml metanol pada botol B. Tutup botol B dan kocok metanol untuk melarutkan bahan pemlastis. Tuangkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 250 ml dan bilas botol A dengan metanol masukkan ke dalam labu ukur dan impitkan.

Bandingkan dengan infra merah sesuai dengan data base FTIR.

12.3.8 Perhitungan

12.3.8.1 Perhitungan kandungan bahan pemlastis pada larutan ekstrak

12.3.8.1.1 Kandungan bahan terekstrak dalam larutan heksan, dalam % (b/b), identifikasi ester asam ftalat, sitrat alkilsulfonik dengan GC-MS

$$M_{\text{heksan}} = \frac{W_{a+e} - W_a}{W_s} \times 100 \quad (16)$$

Keterangan :

M heksan	Kandungan bahan larutan ekstrak dalam % (b/b)
Wa+e	Berat botol A dan ekstrak (g)
Wa	Berat botol A (g)
Ws	Berat contoh uji (g)

12.3.8.1.2 Kandungan bahan pada larutan terekstrak dalam metanol % (b/b). Identifikasi sebagai asam adipat poliester oleh ATR FTIR

$$M \text{ metanol} = \frac{W_{b+e} - W_b}{W_s} \times 100 \quad (17)$$

Keterangan :

M metanol	= Kandungan bahan larutan ekstrak dalam % (b/b)
Wb+e	= Berat botol B dan ekstrak (g)
Wb	= Berat botol B (g)
Ws	= Berat contoh uji (g)

12.3.8.1.3 Kandungan kombinasi bahan ekstrak dalam larutan (heksan + metanol) dalam % (b/b), (heksan + metanol)

$$M_{te+p} = (16) + (17) \quad (18)$$

Keterangan :

Mte+p Kandungan total bahan ekstrak termasuk bahan pemlastis

CATATAN Jika nilai kombinasi bahan terekstrak dalam larutan (heksan+metanol) 30 % tidak perlu dirinci jenis bahanya dan dilaporkan dalam % (b/b) total.

12.3.8.2 Perhitungan dan identifikasi kandungan bahan pemlastis dengan Gas chromatography – mass spectrometry (GC-MS)

12.3.8.2.1 Identifikasi bahan pemlastis

Catat identifikasi bahan pemlastis sesuai 12.3.7.5 dan 12.3.7.6.

12.3.8.2.2 Perhitungan kandungan bahan pemlastis dengan GC-MS.

12.3.8.2.2.1 Kandungan ester asam ftalat dalam % (b/b) dengan GC-MS.

$$MPAE = \frac{C_{e1} \times 250 \text{ (ml)} \times f}{W_s \times 10\,000} \quad (19)$$

Keterangan

MPAE	Kandungan ester asam ftalat dalam % (b/b)
Ce1	Konsentrasi larutan ekstrak (µg/ml)
f	Faktor pengenceran
Ws	Berat contoh uji (g)

$$C_{e1} = (W_{a+e}) - W_a \quad (20)$$

Keterangan

Ce1	Kandungan ester asam ftalat dalam % (b/b)
Wa+e	Berat botol A dan ekstrak (g)
Wa	Berat botol A (g)

12.3.8.2.2.2 Kandungan ester asam sitrat dalam % (b/b) dengan GC-MS

$$MCAE = \frac{Ce_2 \times 250 \text{ (ml)} \times f}{Ws \times 10\,000} \quad (21)$$

Keterangan

MCAE	Kandungan ester asam ftalat dalam % (b/b)
Ce ₂	Konsentrasi larutan ekstrak (μg/ml)
f	Faktor pengenceran
Ws	Berat (g)

$$Ce_2 = (W_{b+e}) - W_b \quad (22)$$

Keterangan

Ce ₂	Kandungan ester asam ftalat dalam % (b/b)
W _{b+e}	Berat botol B dan ekstrak (g)
W _b	Berat botol B (g)

12.3.8.2.2.3 Kandungan ester asam alkilsulfonik dalam % (b/b) dengan GC-MS

$$MAAE = \frac{Ce \times 250 \text{ (ml)} \times f}{WS \times 10\,000} \quad (23)$$

Keterangan

MAAE	Kandungan ester asam alkilsulfonik dalam % (b/b)
Ce	Konsentrasi larutan ekstrak (μg/ml)
f	Faktor pengenceran
Ws	Berat contoh uji (g)

12.3.9 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- Metoda uji;
- Laporan uji dinyatakan :
 - Identifikasi bahan pemlastis;
 - Kandungan bahan terekstrak dalam heksan % (b/b);
 - Kandungan bahan terekstrak dalam metanol yang diidentifikasi sebagai asam adipat poliester dengan ATR-FTIR dalam % (b/b);
 - Kandungan bahan pada larutan kombinasi ekstrak (heksan + metanol) dalam % (b/b);
 - Kandungan ester asam ftalat dengan GC-MS dalam % (b/b);
 - Kandungan ester asam sitrat dengan GC-MS dalam % (b/b);
 - Kandungan ester asam alkili sulfonik dengan GC-MS dalam % (b/b);
- Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- Tanggal uji.

12.4 Penentuan emisi dari benzena, toluen, dan xylen dari kandungan bahan pemlastis pada perangkat model mainan tanah liat yang mengandung PVC dan perangkat cetakan plastik

12.4.1 Prinsip

Penentuan emisi dari benzena, toluen, dan xylen dari kandungan bahan pemlastis plastik/batang pada perangkat model tanah liat yang mengandung PVC dan perangkat

cetakan plastik yang terbuat dari polistiren dengan menggunakan *headspace* kromatografi gas dengan detektor mass spektrometri metoda adisi standar.

12.4.2 Standar dan pereaksi

Tabel 29 - Standar

Bahan kimia	CAS no.
Toluen	108-88-3
Benzena	71-43-2
o-xylene	95-47-6
m-xylene	108-38-3
p-xylene	106-42-3

Tabel 30 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no.
Metanol	67-56-1

12.4.3 Peralatan

12.4.3.1 Gas chromatography – Mass spectrometry (GC-MS)

Pengukuran benzena, toluen dan xilen menggunakan alat kromatografi gas dengan *split/splitless injector system coupled* dengan detektor *mass spectro*.

Column : Crosslinked 5 % phenylmethylsiloxane, 95 % dimethylpolysiloxane (DB-VTR18), 30 m x 0,25 mm (ID) x 0.25 μ m

Injection temperature : 300 °C

Injection mode : split. *Splitless time*: 0 menit ke 1,5 menit

Interface temperature : 250 °C

Ion source temperature : 250 °C

Sampling time : dari 2 menit ke 22 menit

Mass range : dari 30 m/z sampai 500 m/z

Acquisition data : 1 scan/detik

Carrier gas : Helium

Tabel 31 – Program Oven

Ramp	Suhu awal (°C)	Hold time (menit)	Rate °C/menit	Suhu akhir (°C)	Final hold time (menit)
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Tabel 32 – Pelarut dan waktu retensi

Pelarut	Waktu retensi (menit)
Benzena	3,4
Toluen	5,6
m- xilen	10,5
o-xilen	12,3

Kondisi detektor untuk penentuan bense, toluen dan xylen sebagai berikut :

Quantitaion ions	Main target ion m/z
Benzena	78
Toluen	91
Xylen	91

12.4.3.2 Kondisi uji *headspace*

Sistem keseimbangan tekanan (*balance pressure system*)

Vial diberi tekanan udara dengan gas pengantar. Setelah mencapai keseimbangan klep diaktifkan dengan waktu tertentu untuk memindahkan yang mudah menguap ke *column*.

Sistem tekanan gulungan (*pressure loop system*)

Vial yang diberi tekanan udara dengan gas pengantar. Kemudian klep dibuka dan gulungan diisi dengan gas. Kemudian klep dibuka kembali untuk memindahkan yang mudah menguap ke *column*.

Gas tekan : He pada 45 KPa

Suhu termoset 130 °C untuk uji bahan dari PVC dan 180 °C untuk bahan dari polistiren

Suhu jarum (*needle temperature*) 140 °C untuk bahan dari PVC, 190 °C bahan dari polistiren

Suhu pindah (*transfer line temperature*) 140 °C untuk bahan dari PVC, 190 °C bahan dari polistiren.

Waktu injeksi 0,05 menit

Waktu tekan : 4 menit

Waktu termoset : 30 menit

Waktu penarikan : 0,2 menit

12.4.3.3 Peralatan laboratorium lainnya

Peralatan gelas harus bersih, sebaiknya dicuci dengan diklorometan dan keringkan sebelum digunakan untuk menghindari kontaminasi benzena, toluen dan xylen.

12.4.3.3.1 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg;

12.4.3.3.2 Refrigerator, dengan suhu (4 ± 2) °C;

12.4.3.3.3 Botol yang berwarna coklat untuk diletakkan di *headspace*;

12.4.3.3.4 Pipet volum 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 10 ml, 20 ml;

12.4.3.3.5 Labu ukur berwarna coklat dengan kapasitas 10 ml, 20 ml, 50 ml, 100 ml;

12.4.3.3.6 syringe kapasitas 1 µl.

12.4.4 Preparasi larutan standar

Timbang 100 mg setiap standar (benzena, toluen, m,p,o-xylen) dan larutkan dalam metanol dan impitkan pada labu 100 ml.

Encerkan dari larutan stok standar sebanyak 5 µl, 10 µg/ml, 20 µg/ml, 50 µg/ml dan 100 µg/ml. Larutan diletakkan pada wadah gelas (12.4.3.3.3 dan 12.4.3.3.5) pada suhu (4 ± 2) °C. Larutan stok standar ini dapat digunakan sampai satu bulan, deret standar harus dibuat setiap kali pengerjaan.

12.4.5 Pengambilan

Perwakilan yang diambil dari tanpa dihomogenkan dan harus disimpan dalam wadah yang tertutup untuk menghindari menguapnya emisi.

12.4.6 Preparasi

Tidak ada preparasi yang khusus. Untuk bahan PVC, potong kecil-kecil dan timbang tersebut dari setiap warna pada bahan yang sama dipisahkan dalam penanganannya.

Timbang ($1 \pm 0,05$) g masukkan dalam *vial headspace* Kemudian tambahkan 500 μ l dengan larutan standar yang berbeda (12.4.4) masing-masing 2,5 μ g, 5 μ g, 10 μ g, 25 μ g dan 50 μ g. Tutup setiap botol *vial*nya sesegera mungkin dan letakkan dalam suhu ruang selama 1 jam.

12.4.7 Prosedur

Sebelum injeksi panaskan setiap pada *headspace* dalam 30 menit pada suhu 130 °C untuk bahan PVC, atau suhu 180 °C untuk bahan polistiren. Uji juga dilakukan pada botol kosong sebagai blanko untuk menentukan apakah ada konsentrasi dari udara.

Uji menggunakan GC dengan kondisi sesuai 12.4.3.1

12.4.8 Evaluasi dari uji

Pada grafik, plot area untuk setiap komponen terhadap konsentrasi individu yang ditambahkan. Ekstrapolasi daripada garis lurus dengan konsentrasi nilai absolut yang sebenarnya adalah konsentrasi analit dalam . Koefisien regresi (r) 0,995.

12.4.9 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- a. Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- b. Metoda uji;
- c. Laporan uji dinyatakan ;
 - emisi benzena dari PVC atau polistiren dalam mg/kg
 - emisi toluen dari PVC atau polistiren dalam mg/kg
 - emisi xylen dari PVC atau polistiren dalam mg/kg
- d. Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- e. Tanggal uji.

12.4.10 Kontrol titik kritis

Volume standar yang akan ditambahkan kebagian permukaan pada bagian botol yang dalam. Sehubungan dengan komponen organik yang mudah menguap, botol *vial* segera ditutup. Waktu pemanasan bahan mainan minimal 30 menit setiap uji. Suhu headspace diperlukan untuk kontrol mencapai 130 °C (PVC) dan 180 °C (polistiren). Bagian botol *vial* tidak boleh mempengaruhi hasil uji (tidak ada emisi, tidak penyerap, tidak bereaksi dengan *inertness*).

12.5 Penentuan kandungan stiren dalam butiran polistiren

12.5.1 Prinsip

Kandungan stiren dalam polistiren ditentukan dengan kromatografi gas menggunakan detektor MS. Perhitungan kandungan stiren dengan menggunakan larutan kalibrasi eksternal

standar monomer stiren. Ini cukup tepat untuk penentuan kuantitatif stiren dalam konsentrasi 50 sampai 3 000 mg/kg polistiren.

12.5.2 Standar dan pereaksi

12.5.2.1 Standar

Standar kimia yang digunakan adalah Stiren, simpan pada suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

12.5.2.2 Pereaksi

Bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi adalah :

- diklorometan;
- metanol.

12.5.3 Peralatan

12.5.3.1 Kromatografi gas, *split/splitless injector system coupled* dengan detektor *mass spectro* dengan *Column*-nya mampu memisahkan stiren dari campuran pelarut dan sepenuhnya tambahan pada polistiren.

Column : Crosslinked 5% phenylmethylsiloxane, 95% dimethylpolysiloxane (DB-VTX), 30 m x 0,25 mm (ID) x 0,25 μm atau sejenisnya.

Carrier gas : Helium

Menggunakan kondisi ini, waktu retensi untuk stiren 12,5 menit.

Tabel 33 – Program Oven

Ramp	Suhu awal ($^\circ\text{C}$)	Hold time (menit)	Rate $^\circ\text{C}/\text{menit}$	Suhu akhir ($^\circ\text{C}$)	Final hold time (menit)
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Kondisi injeksi untuk penentuan stiren

Suhu injeksi : $250 ^\circ\text{C}$

Injection volume : 2 μL

Injection mode : splitless, katup split ditutup pada waktu 0 menit ke 1,5 menit

Kondisi detektor :

Sistem detektor : quadropole mass spectro

Mode : SIM terfokus pada 104 m/z dan 78 m/z

Suhu interface : $250 ^\circ\text{C}$

Suhu *ion source* : $250 ^\circ\text{C}$

Waktu sampling ; dari 3 menit ke 25 menit

Acquisition data : 2 scan/detik

12.5.3.2 Peralatan umumnya dan peralatan gelas yang digunakan

12.5.3.3 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.5.3.4 Centrifused atau pemusing mampu 2 300 g

12.5.3.5 Refrigerator, mampu mencapai suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$

12.5.3.6 Wadah gelas yang dilengkapi dengan tutup

Tidak boleh menggunakan plastik dan peralatan gelas dibersihkan sebelum digunakan, cuci dengan beberapa ml campuran pelarut (diklorometan dan metanol) dan keringkan sebelum digunakan.

12.5.3.7 Labu ukur dan pipet volume

12.5.4 Preparasi larutan standar

Timbang 80 mg stiren yang dilarutkan dalam metanol didalam labu ukur 100 ml dan impitkan dan sebagai larutan stok standar. Encerkan larutan stok standar dengan campuran diklorometan dan metanol (2+1) untuk membuat larutan kalibrasi dengan konsentrasi 0,4 µg/ml, 1 µg/ml, 5 µg/ml, 10 µg/ml, 20 µg/ml.

Larutan standar disimpan pada suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ dan digunakan hanya 2 minggu sejak dilakukan preparasi.

12.5.5 Pengambilan

Setiap warna dari butiran dalam preparasinya dipisah.

12.5.6 Preparasi

Tidak ada hal yang khusus dalam preparasinya

12.5.7 Prosedur

Timbang $(1,5 \pm 0,1)$ g, masukkan dalam erlenmeyer 50 ml yang dilengkapi tutup.

Tambahkan 10 ml diklorometan, Aduk larutan tersebut pelan-pelan sehingga larut sempurna (24 jam). Kemudian tambahkan 5 ml metanol dan aduk untuk mengendapkan polimer.

Dalam proses pemisahan dengan pemusing pada larutan sebelum diuji.

Uji larutan kalibrasi dengan GC-MS pada kondisi 12.5.3.1. Buat 5 titik pada kurva kalibrasi konsentrasi stiren (mg/ml). Kemudian menguji larutan dengan kondisi yang sama.

12.5.8 Perhitungan

Konsentrasi stiren (mg/ml) pada yang dihitung langsung interpolasi dari grafik dan kandungan stiren (mg/kg) dapat dihitung sebagai berikut :

$$M_{st} = \frac{C_{st} \times 15}{W_s \times 10\,000} \quad (24)$$

Keterangan :

M_{st}	Kandungan stiren bebas dalam polistiren (mg/kg)
C_{st}	Konsentrasi stiren dihitung dari grafik kalibrasi dalam (mg/l)
W_s	Berat (g)

Laporan dinyatakan dalam mg stiren/kg polistiren akan dilaporkan sebagai nilai rata-rata dari dua atau lebih penentuan.

12.5.9 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- Metoda uji;

- c. Laporan uji dinyatakan :
 - kandungan stiren, dalam mg/kg polistiren
- d. Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- e. Tanggal uji.

12.6 Identifikasi dan penentuan bahan kimia pada perangkat proses fotografi

12.6.1 Umum

Metoda ini menjelaskan prosedur untuk identifikasi dan penetapan bahan kimia dalam fotografi menggunakan uji yang sederhana untuk garamnya, metoda HPLC untuk komponen organik dan metoda gravimetri untuk penentuan jumlah total dalam wadah untuk fotografi.

12.6.2 Identifikasi kation dan anion dari bahan inorganik pada fotografi

Bahan kimia yang ditentukan seperti pada Tabel 34.

Tabel 34 - Bahan inorganik pada perangkat fotografi

Analit	CAS no.	Formula
Amonium tiosulfat	7783-18-8	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₃
Dinatrium disulfid	7681-57-4	Na ₂ S ₂ O ₅
Kalium bromida	7758-02-3	KBr
Natrium karbonat	497-19-8	Na ₂ CO ₃
Natrium sulfid	7757-83-7	Na ₂ SO ₃
Natrium tiosulfat	7772-98-7	Na ₂ S ₂ O ₃

Untuk metoda uji dalam 12.6.2.1 sampai 12.6.2.8 mengikuti persyaratan sebagai berikut :

- untuk sampling yang dipakai uji diambil dari wadah foto
- Tidak ada preparasi yang khusus
- Evaluasi sesuai 12.6.2.9
- Laporan uji sesuai 12.6.6

CATATAN Limit deteksi setiap ion 0,05 g.

12.6.2.1 Metoda NH₃⁺ (kation amonium) pada ammonium thiosulfate

12.6.2.1.1 Prinsip

Bau yang menyengat dari amonia merupakan uji kualitatif dari garam amonium. Amonia akan diketahui dengan penambahan garam amonium.

CONTOH Natrium hidroksida - Kertas indikator basa sebagai dasar penilaian kondisi pH basa.

12.6.2.1.2 Standar dan pereaksi

12.6.2.1.2.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan adalah Amonium tiosulfat.

12.6.2.1.2.2 Pereaksi

Tabel 35 - Pereaksi

Bahan kimia	
Natrium hidroksida	pellet
Indikator paper	pH 1-14

12.6.2.1.3 Peralatan

Lumpang

12.6.2.1.4 Prosedur

Pindahkan 50 mg ke dalam lumpang dan digiling dengan natrium hidroksida sejumlah 4 x jumlah dan sedikit ditetesi air. Letakkan kertas indikator basa diatas bagian ujung lumpang. Jika ada perubahan warna (berdasar pH) berarti mengandung amonia.

12.6.2.2 Metoda Na^+ dalam Natrium karbonat atau sulfat atau tiosulfat atau disulfid**12.6.2.2.1 Prinsip**

Natrium diidentifikasi oleh pembakaran dengan kawat platina atau Magnesium bacilli dan kompor bunsen. Warna kuning saat pembakaran menunjukan adanya natrium.

12.6.2.2.2 Standar dan pereaksi**12.6.2.2.2.1 Standar**

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Natrium karbonat;
- Natrium sulfid;
- Natrium ortosulfat;
- Natrium disulfid.

12.6.2.2.2.2 Pereaksi

Bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi adalah :

- Asam klorida

12.6.2.2.3 Peralatan**12.6.2.2.3.1 Kompor bunsen****12.6.2.2.3.2 Magnesium bacilli atau kawat platina****12.6.2.2.4 Prosedur**

Pindahkan 50 mg pada tempat piring dan campur dengan 2 tetes asam klorida. Celupkan kawat platina (bebas Na^+) ke dalam larutan dan bakar dalam bunsen. Jika mengeluarkan warna kuning saat dibakar yang menandakan bahwa larutan mengandung natrium.

12.6.2.3 Metoda K^+ pada kalium bromida**12.6.2.3.1 Prinsip**

Kalium diidentifikasi dengan dibakar yang menghasilkan warna ungu. Dengan pengamatan melalui kaca kobalt, natrium berupa cahaya kuning diserap, sedangkan cahaya kalium terlihat berupa merah keunguan.

12.6.2.3.2 Standar dan pereaksi

12.6.2.3.2.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Kalium karbonat.

12.6.2.3.2.2 Pereaksi

Bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi adalah :

- Asam klorida konsentrat

12.6.2.3.3 Peralatan

12.6.2.3.3.1 Bunsen

12.6.2.3.3.1 Kawat platina

12.6.2.3.3.3 Kaca kobalt

12.6.2.3.4 Prosedur

Pindahkan 50 mg pada tempat piring dan campur dengan 2 tetes asam klorida. Celupkan kawat platina (bebas K^+) ke dalam larutan dan bakar dalam bunsen. Jika mengeluarkan warna merah terang saat dibakar yang menandakan bahwa larutan mengandung kalium.

12.6.2.4 Metoda penetapan tiosulfat pada natrium/amonium tiosulfat

12.6.2.4.1 Prinsip

Ion perak (Ag) dan tiosulfat membentuk endapan putih yang tidak stabil. Perubahan warna dari putih ke kuning, orange dan coklat ke hitam merupakan identifikasi tiosulfat.

12.6.2.4.2 Standar dan pereaksi

12.6.2.4.2.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Natrium tiosulfat atau amonium tiosulfat.

12.6.2.4.2.2 Pereaksi

Tabel 36 - Pereaksi

Bahan kimia	Konsentrasi
Asam nitrat	2,5 mol/l
Perak nitrat	2 mol/l

12.6.2.4.3 Peralatan

Tabung reaksi

12.6.2.4.4 Prosedur

Pindah 50 mg ke dalam tabung reaksi, larutkan dalam air dan asamkan dengan menambahkan 2,5 mol/l asam nitrat dan campur berlebih dengan 2 mol/l perak nitrat. Jika

ada tiosulfat akan terbentuk endapan warna putih dan akan menjadi hitam setelah beberapa waktu.

12.6.2.5 Metoda anion sulfid dalam natrium sulfid

12.6.2.5.1 Prinsip

Zat warna triphenilmetan (*malachite green*, *fuchsin*) tidak berwarna dengan adanya larutan sulfid karena struktur chinoidnya rusak.

Apabila ada kandungan sulfid maka zat warna berubah dari warna hijau menjadi tidak berwarna. Tiosulfat tidak akan mengganggu reaksi. Disulfid akan teridentifikasi dan dibedakan dari sulfid dengan IR spekro.

12.6.2.5.2 Standar dan pereaksi

12.6.2.5.2.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Natrium sulfid.

12.6.2.5.2.2 Pereaksi

Tabel 37 - Pereaksi

Bahan kimia	Konsentrasi
Larutan <i>Malachite green</i>	25 mg/100 ml
Larutan Fuchsin aqueous	25 mg/100 ml

12.6.2.5.3 Peralatan

12.6.2.5.3.1 Tabung reaksi

12.6.2.5.3.2 Gelas arloji

12.6.2.5.4 Prosedur

Pindahkan 50 mg ke dalam tabung reaksi, larutkan dalam air dan ambil beberapa tetes dari larutan gelas arloji. Kemudian tambahkan 1 tetes malachite green atau fuchsin. Jika warna menghilang menandakan adanya sulfid.

Untuk uji kualitatif (sulfid positif) dengan menggunakan IR spektro untuk identifikasi (12.6.2.5.1).

12.6.2.6 Metode disulfid dalam dinatrium disulfid

12.6.2.6.1 Prinsip

Disulfid terjadi dalam larutan asam sulfid. Jika diencerkan, akan berubah menjadi asam sulfat dalam basa menjadi sulfid. Disulfid terlihat sebagai sulfid saat diuji sesuai sub 12.6.2.6 untuk uji kualitatif (sulfid positif) dapat diidentifikasi dengan menggunakan IR *spectroscopy*. Disulfid juga dapat diidentifikasi dan dibedakan dari sulfid dengan IR spektrometer.

12.6.2.6.2 Standar dan pereaksi

12.6.2.6.2.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Natrium disulfid.

12.6.2.6.2.2 Pereaksi

Tabel 38 - Pereaksi

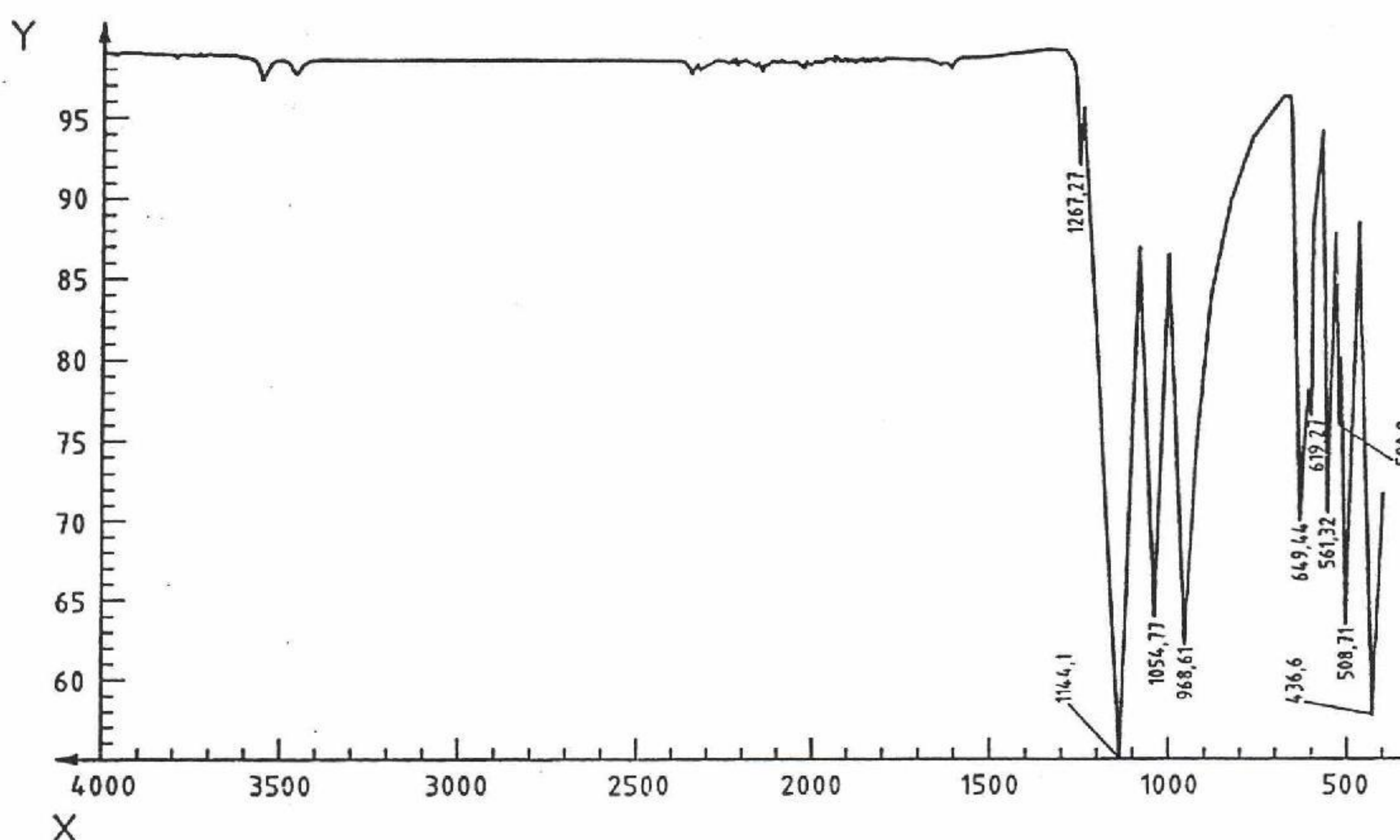
Bahan kimia	Konsentrasi
Kalium bromida	Kering dan simpan dalam desikator

12.6.2.6.3 Peralatan

12.6.2.6.3.1 IR spektro dengan batasan 4 000 cm^{-1} sampai 400 cm^{-1} 12.6.2.6.3.2 Oven dengan suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$

12.6.2.6.4 Prosedur

Keringkan pada suhu $105 ^\circ\text{C}$ dalam oven, kemudian masukkan dalam eksikator. Lumatkan dengan Kbr dan pres sehingga berbentuk lempengan (pelet). Pelet diukur dengan IR spektro pada batasan 4 000 cm^{-1} sampai 400 cm^{-1}
Gambar spektra sebagai berikut:

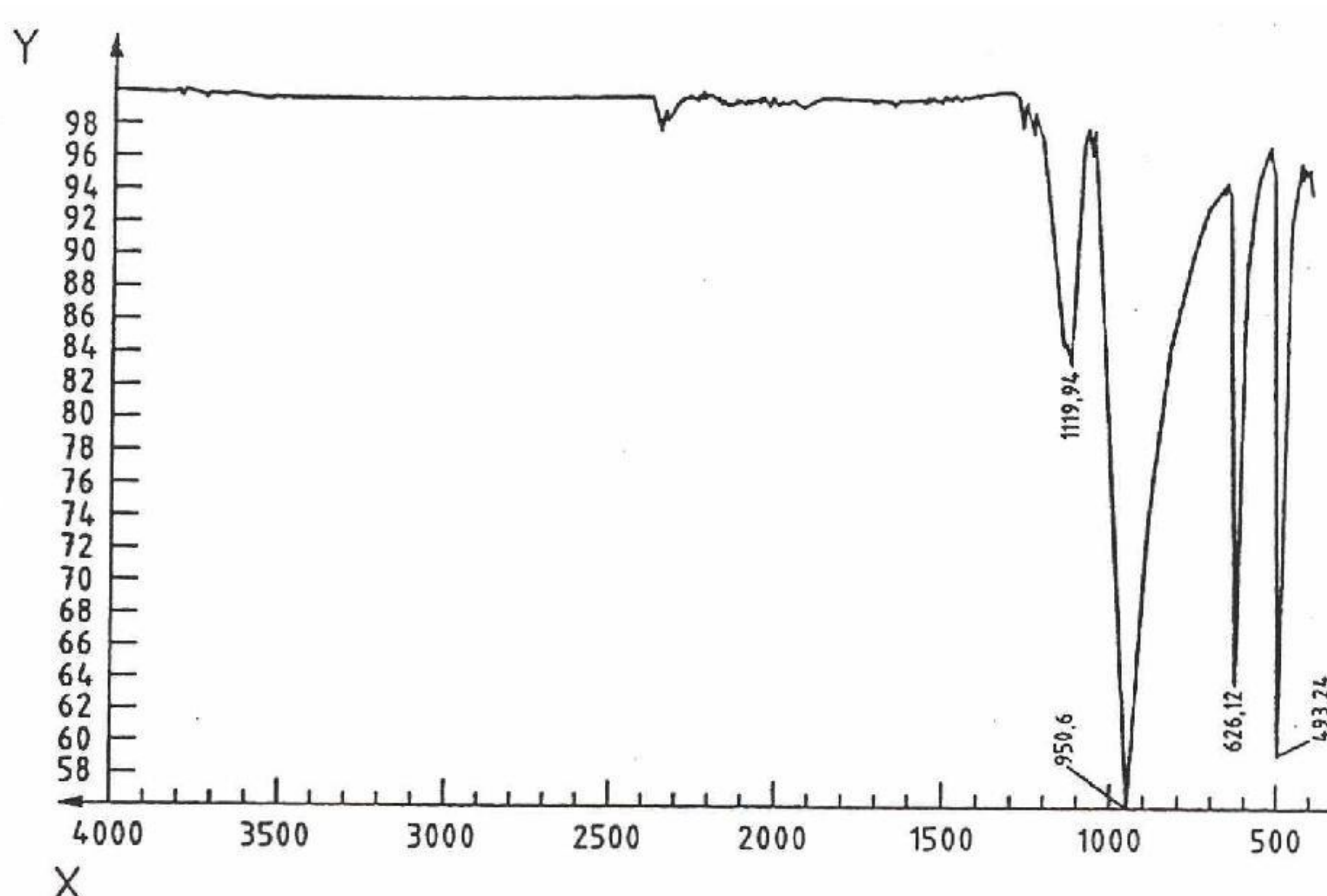


Catatan :

Y Refleksi, dalam %

X Angka grafik, dalam cm^{-1}

Gambar 3 – Spektra pada sodium disulfid

**Catatan :**

Y Refleksi, dalam %

X Angka grafik, dalam cm^{-1} **Gambar 4 - Spektra pada sodium sulfit****12.6.2.7 Metoda CO_2 dalam natrium karbonat****12.6.2.7.1 Prinsip**

CO_2 yang dihasilkan dari karbonat dideteksi sebagai barium karbonat yang sudah larut. Karena ion sulfit dan tiosulfat dapat menjadi pengganggu, anion ini dioksidasi menjadi sulfat oleh H_2O_2 .

12.6.2.7.2 Standar dan pereaksi**12.6.2.7.2.1 Standar**

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Natrium karbonat.

12.6.2.7.2.2 Pereaksi**Tabel 39 - Pereaksi**

Bahan kimia	Konsentrasi
Asam klorida	3 mol/l (larutan)
Barium hidroksida octahidrat	50 g/l
Hidrogen peroksida	2,5 mol/l

12.6.2.7.3 Peralatan**12.6.2.7.3.1 Tabung reaksi****12.6.2.7.3.2 Water bath****12.6.2.7.3.3 Tabung dengan dilengkapi tutup fermentasi**

12.6.2.7.4 Prosedur

Pindahkan 50 mg ke dalam tabung reaksi. Tambahkan beberapa tetes hidrogen peroksida 2,5 mol/l. Tambahkan 2 ml asam klorida. Ambil tabung yang dilengkapi dengan tutup fermentasi, yang telah berisi larutan barium hidroksida dan masukkan larutan yang ada pada tabung reaksi. Panaskan tabung dalam waterbath. Apabila ada bentuk putih dalam tabung (12.6.2.7.3.3) yang mengidentifikasi bahwa dalam larutan terdapat karbonat.

12.6.2.8 Metoda penetapan Ba pada kalium bromida**12.6.2.8.1 Prinsip**

Dalam ion perak nitrat bromida berbentuk kuning terang yang tidak larut dalam asam nitrat. Dan ini larut dalam amonia pekat.

12.6.2.8.2 Standar dan pereaksi**12.6.2.8.2.1 Standar**

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :
- Kalium bromida.

12.6.2.8.2.2 Pereaksi**Tabel 40 - Pereaksi**

Bahan kimia	
Asam nitrat pekat	
Perak nitrat, larutan 50 g/l	
CATATAN Larutan tersebut stabil dalam waktu 4 minggu pada ruangan gelap.	
Larutan amonia pekat	
Natrium tiosulfat	

12.6.2.8.3 Peralatan

Tabung reaksi

12.6.2.8.4 Prosedur

Timbang 50 mg dalam tabung reaksi, larutkan dalam air dan tambahkan beberapa tetes asam nitrat agar bersifat asam. Kemudian tambahkan beberapa tetes larutan perak nitrat. Jika ada endapan berwarna kuning terang menandakan adanya bromida. Pastik/batangan bahwa reaksi terurai setelah penambahan amonia pekat.

Pengganggu (*interference*) tiosulfat menyebabkan timbulnya endapan warna putih dengan perak nitrat dalam kondisi netral dan larutan asam, sehingga seperti 12.6.2.4.4. Akhirnya perak sulfida dilarutkan dalam asam nitrat panas dimana perak nitrat tidak larut.

Tiosulfat mengendap dengan perak nitrat, tetapi larut kembali dengan kelebihan tiosulfat.

12.6.2.9 Evaluasi

Uji kualitatif untuk kation dan anion menguraikan garamnya pada setiap botol pada fotografi yang diidentifikasi dan dibandingkan dengan Tabel 35.

12.6.3 Penentuan larutan inorganik dengan gravimetri

Untuk uji 12.6.3.1 mengikuti persyaratan sebagai berikut :

- Untuk pengambilan yang akan diuji diambil pada setiap wadah;
- Tidak ada pengambilan secara khusus;
- Pelaporan seperti 12.6.6.

12.6.3.1 Prinsip

Jumlah/nilai bahan kimia yang ditentukan dengan penimbangan.

12.6.3.2 Standar dan pereaksi

Tidak ada

12.6.3.3 Peralatan

12.6.3.3.1 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.6.3.3.2 Tempat melebur logam (*crucible*)

12.6.3.3.3 Desikator

12.6.3.3.4 Tungku perapian (*Muffle furnace*)

12.6.3.3.5 Oven dengan suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$

12.6.3.4 Prosedur

Penentuan bahan kimia secara kuantitatif sebagai berikut :

Jika senyawa anorganik pada Tabel 4 terdeteksi secara kualitatif uji sesuai dengan 12.6.2.

Timbang wadah kemudian kosongkan. Wadah dicuci dengan air dan keringkan dalam oven, kemudian dinginkan pada suhu ruang. Timbang kembali wadah tersebut, selisih berat adalah kandungan bahan anorganik.

Jika bahan pada fotografi dengan beberapa wadah yang mengandung garam yang sama, maka setiap wadah ditimbang dan ditambahkan dalam pelaporan.

Dalam beberapa kasus (natrium karbonat atau tiosulfat) mungkin terjadi garam yang mengandung *hydrated water*. Jika jumlah garam-garam ini berada dalam Tabel 4, maka tidak perlu menghilangkan kristal airnya.

Membebaskan air dalam natrium karbonat atau tiosulfat, panaskan dalam tungku dengan kondisi :

Natrium karbonat	500 °C selama 2 jam
Natrium tiosulfat	100 °C selama 2 jam

Timbang 1 g masukkan dalam *crucible* dan panaskan selama 2 jam. Kemudian *crucible* didinginkan dalam desikator selama 1 jam. Timbang kembali *crucibel*.

12.6.3.5 Evaluasi/perhitungan

$$W_{\text{sph}} = \sum X (W_1 - W_0) \quad (25)$$

Keterangan

W_{sph}	Berat garam dalam fotografik (g)
W_1	Berat wadah termasuk garam (g)

W0 Berat wadah kosong (g)
X Jumlah wadah

Perhitungan natrium karbonat dan natrium tiosulfat setelah bebas air

$$M_{\text{sub}} = \frac{(W_a - W_b)}{W_c} \times 100 \quad (26)$$

Keterangan

M sub Kandungan bahan dalam garam (g)
W_a Berat crucible dengan bahan (g)
W_b Berat crucible kosong (g)
W_c Berat bahan yang ditimbang dengan crucible (g)

$$W_1 = W_{\text{sub}} \times W_{\text{sph}} \quad (27)$$

Keterangan :

W₁ Berat bahan dalam fotografi (g)
M sub Kandungan bahan dalam garam dalam % (b/b)
W_{sph} Berat garam dalam fotografi (g)

12.6.4 Identifikasi bahan organik dan penentuan asam asetat

12.6.4.1 Prinsip

Identifikasi bahan yang tertera dalam Tabel 41 dan penentuan asam aseta dengan HPLC – DAD.

Tabel 41 - Bahan organik dalam fotografi

Analit	CAS no	Formula
Asam asetat	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂
Asam askorbat	50-81-7	C ₆ H ₈ O ₆
Asam sitrat	77-92-9	C ₆ H ₈ O ₇
N (4hidroksifeni)glisin [N(4hidroksifenil)-asam amino asetat]	122-87-2	C ₈ H ₉ NO ₃
N metil p aminofenol dan garamnya	55-55-0	C ₇ H ₉ NO
1 fenil pyrazolidin 3 satu	92-43-3	C ₉ H ₁₀ N ₂ O

12.6.4.2 Identifikasi asam asetat, asam askorbat dan asam sitrat

12.6.4.2.1 Standar dan pereaksi

12.6.4.2.1.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Asam asetat;
- Asam askorbat.

12.6.4.2.1.2 Perekasi

Bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi adalah :

- Metanol
- Air deionized
- Larutan asam sulfat 0,005 mol/l

12.6.4.2.2 Peralatan

12.6.4.2.2.1 Erlenmeyer 100 ml dan 1 000 ml

12.6.4.2.2.2 Pipet

12.6.4.2.2.3 *Vial* 2 ml berikut tutup

12.6.4.2.2.4 pipet pasteur

12.6.4.2.2.5 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.6.4.2.2.6 HPLC dengan detektor UV DAD

Column :Nucleosil 100-5-C18, 250 mm x 4 mm

Column temperature 25 °C

Mobile phase : Eluen A : 0,005 M asam sulfat

EluenB : Metanol

Eluen A:B = 91 % eluen A ; 9% eluen B

Isokratik

Kecepatan 0,5 ml/menit

Injection volume 25 µl

Panjang gelombang : Asam asetat dan asam sitrat (204 ± 4) nm

Asam askorbat (240 ± 4) nm

12.6.4.2.3 Preparasi larutan standar**12.6.4.2.3.1 Larutan stok standar**

Larutan asam asetat 1 000 mg/l

Larutan asan askorbat 1 000 mg/l

Larutan sitrat 1 000 mg/l

12.6.4.2.3.2 Pengenceran larutan standar

10 ml larutan stok standar diencerkan dengan air 100 ml berarti konsentrasinya (c) = 100 mg/l. Larutan stok standar dari asam asetat dan asam sitrat diletakkan dalam refrigerator selama 1 minggu, asam askorbat dan encerkan larutan standar asam asetat dan asam nitrat selalu dibuat setiap hari.

12.6.4.2.4 Pengambilan

Pengambilan diambil dari wadah untuk fotografi.

12.6.4.2.5 Preparasi

Ambil 100 mg (jika padat), larutkan dalam air, pindahkan ke dalam labu 100 ml dan impitkan. Jika berupa cairan, pipet 2 ml masukkan ke dalam labu 100 ml dan impitkan dengan air.

12.6.4.2.6 Prosedur

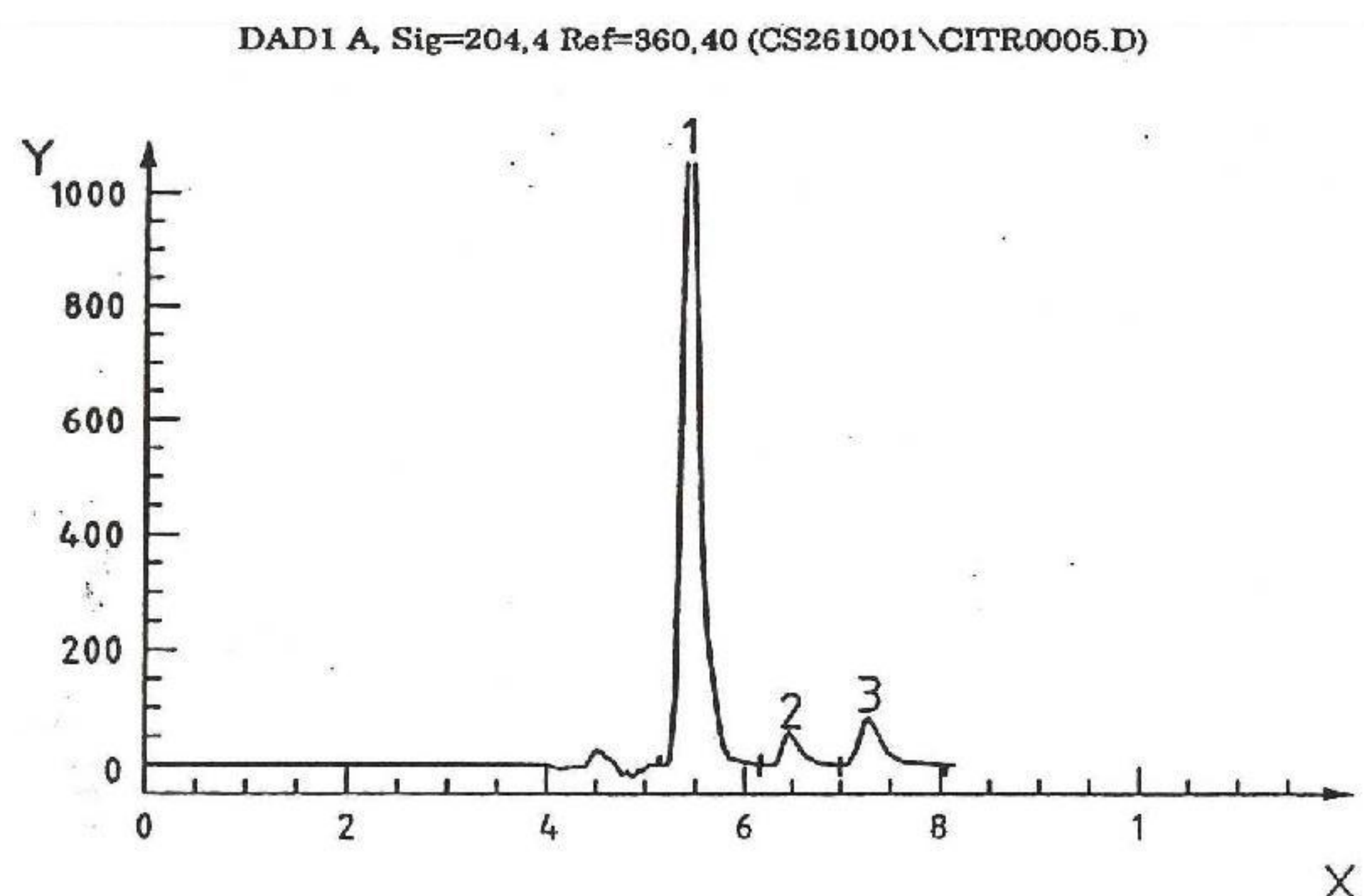
Injek larutan standar ke HPLC dan catat waktu retensi dari komponen. Injek dan larutan blanko dan bandingkan waktu retensi dengan waktu retensi larutan standar.

12.6.4.2.7 Pengukuran/evaluasi

Pemastian untuk identifikasi dari komponen dibandingkan dengan UV spektra dan UV spektra larutan standar. Panjang gelombang UV spektra 200 nm sampai 400 nm
Asam organik dielusi seperti pada Tabel 42.

Tabel 42 - Sekuen dari elusi

Sekuen dari elusi	Analit
1	Asam askorbat
2	Asam asetat
3	Asam sitrat



Catatan

- Y Area/daerah
X Waktu (menit)
1. 5,375 Asam askorbat
2. 6,424 Asam asetat
3. 7,229 Asam sitrat

Gambar 5 – Kromatogram dari asam organik

12.6.4.3 Identifikasi N(4hydroxyphenyl)glycine dan N methyl p aminophenol dan garamnya dan 1 phenyl pyrazolidin 3 one

12.6.4.3.1 Standar dan pereaksi

12.6.4.3.1.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- N (4hidroksifenil)glisin [N(4hidroksifenil)-asam amino asetat]
- N metil p aminofenol dan garamnya
- 1 fenil pyrazolidin 3-satu

12.6.4.3.2 Pereaksi**Tabel 43 - Pereaksi**

Bahan kimia
Metanol
Air deionized
Fosfat bufer pH 7,0
575 mg Amonium dihidrogen fosfat dan 700 mg dinatrium hidrogen fosfat dalam 1 000 ml air
Stabilitas bufer fosfat selama 4 minggu jika disimpan dalam suhu (4 ± 2) °C

12.6.4.3.2 Peralatan

12.6.4.3.2.1 Erlenmeyer 100 ml dan 1 000 ml

12.6.4.3.2.2 Pipet

12.6.4.3.2.3 Vial 2 ml berikut tutup

12.6.4.3.2.4 Pipet pasteur

12.6.4.3.2.5 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.6.4.3.2.6 HPLC dengan detektor UV DAD

column :Nucleosil 100-5-C18, 250mm x 3 mm

Column temperature : 25 °C

Mobile phase : Eluen A : buffer fosfat pH 7

Eluen B : Metanol

Gradien 1 menit, eluen A 100 %, 1 menit sampai 24 menit 68 %

Eluen A/32%eluenB

Flow : 0,75 ml/menit

Injection volume 20 µl

Detection wave length : 238 nm

12.6.4.3.2.7 Bak ultrasonik

12.6.4.3.3 Preparasi larutan standar

N(4hidroksifenil)glisin, 50 mg/l

N metil p aminofenol, 50 mg/l

1 fenil pyrazolidin 3-satu, 50 mg/l

Catatan : komponen dilarutkan dengan air dengan menggunakan bak ultrasonik.

Larutan standar disiapkan setiap hari.

12.6.4.3.4 Pengambilan

Pengambilan diambil dari wadah untuk fotografi.

12.6.4.3.5 Preparasi

Larutkan 200 mg dalam air dengan bak ultrasonik, pindahkan ke dalam labu 100 ml dan impitkan. Siapkan pada hari yang sama dengan waktu uji.

12.6.4.3.6 Prosedur

Injek larutan standar ke HPLC sistem dan catat waktu retensi dari komponen.

Injek dan bandingkan waktu retensi dengan waktu retensi larutan standar.

12.6.4.3.7 Evaluasi

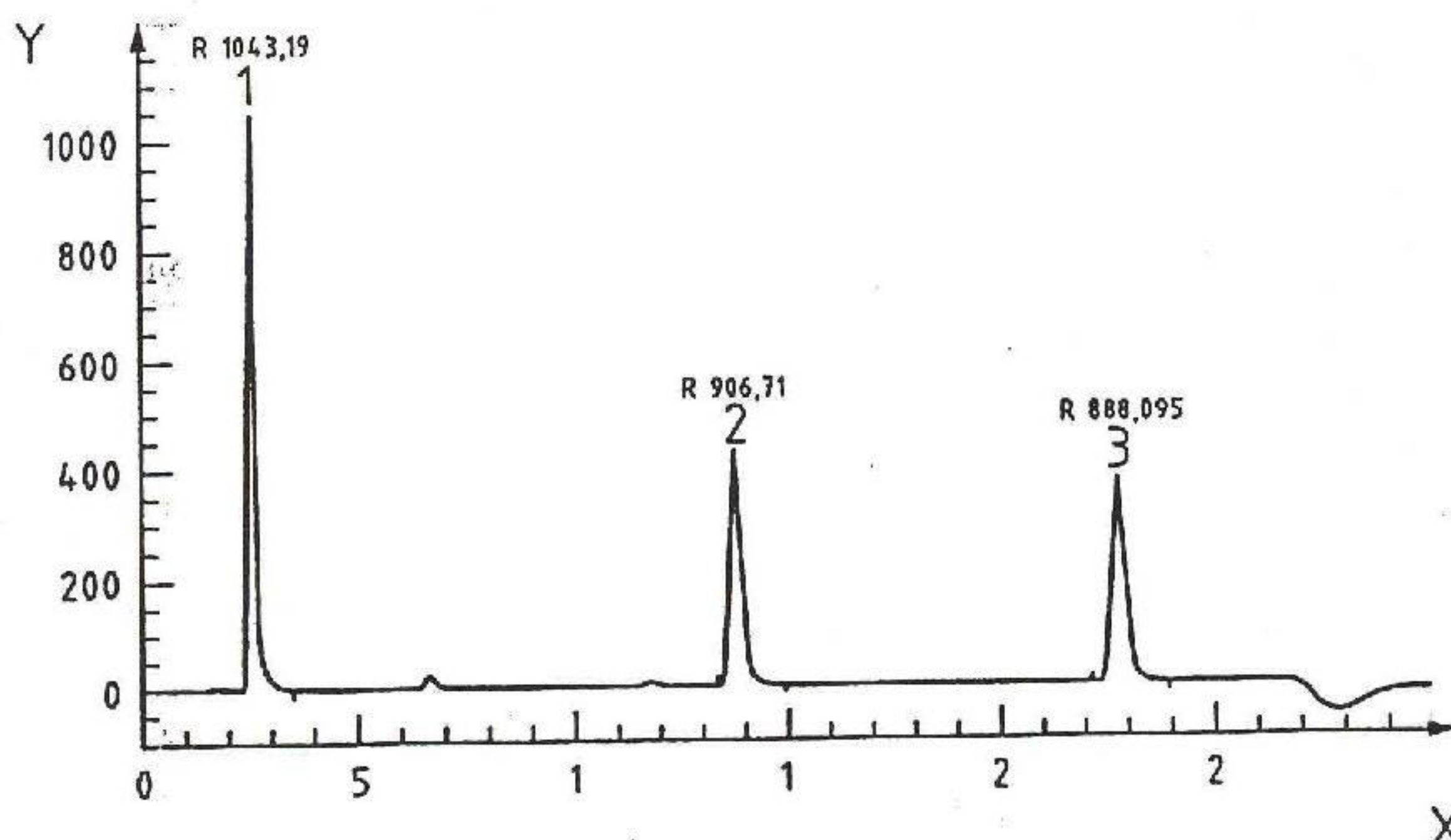
Untuk mengkonfirmasi identitas dari satu komponen yang dibandingkan antara uv spektra dengan larutan standar. Panjang gelombang UV spektra 200 nm sampai 400 nm.

Komponen yang dielusi seperti dibawah ini :

Tabel 44 - Sequence of elution

<i>Sequence of elution</i>	<i>Analyte</i>
1	N(4hidroksifenil)glisin
2	N metil p aminofenol
3	1 fenil pyrazolidin 3-satu

DAD1 A, Sig=238,4 Ref=550,100 (AP251002\P000001.D)



Catatan

Y Area/daerah

X Waktu (menit)

1. 2.565 N-(4-hidroksifenil) glisin
2. 13.762 4-(metilalin)fenol
3. 22.858 1-fenil-3-pyrazolidinon

Gambar 6 – Kromatogram dari N-(4-hidroksifenil) glisin, 4-(metilalin)fenol, dan 1-fenil-3-pyrazolidinon

12.6.4.4 Penentuan asam asetat

12.6.4.4.1 Standar dan pereaksi

12.6.4.4.1.1 Standar

Bahan kimia yang digunakan sebagai standar adalah :

- Asam asetat.

12.6.4.4.1.2 Pereaksi

Bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi adalah :

- Metanol
- Air deionized
- Asam sulfat 0,005 mol/l

12.6.4.4.2 Peralatan

12.6.4.4.2.1 Erlenmeyer 100 ml dan 1 000 ml

12.6.4.4.2.2 Pipet

12.6.4.4.2.3 *Vial* 2 ml berikut tutup

12.6.4.4.2.4 Pipet pasteur

12.6.4.4.2.5 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.6.4.4.2.6 HPLC dengan detektor UV DAD

Column :Nucleosil 100-5-C18, 250 mm x 4 mm

Column temperature : 25 °C

Mobile phase : Eluen A : 0,005 M asam sulfat

Eluen B : Metanol

Eluent A:B = 91 % Eluen A;9 % Eluen B

Isokratik

Flow 0,5 ml/menit

Injection volume 25 µl

Detection wavelength : 204 nm

12.6.4.4.3 Preparasi larutan standar**12.6.4.4.3.1 Larutan stok standar**

Asam asetat konsentrasi 2 000 mg/l.

12.6.4.4.3.2. Pengenceran larutan standar

- Larutan I : 0,5 ml larutan stok standar diencerkan dengan air sampai 100 ml. Konsentrasi = 10 mg/l.
- Larutan II, 5 ml larutan stok standar diencerkan dengan air menjadi 100 ml. Konsentrasi = 100 mg/l.
- Larutan III : 20 ml larutan stok standar diencerkan dengan air menjadi 100 ml. Konsentrasi = 400 mg/l.
- Larutan IV : 45 ml larutan stok standar diencerkan dengan air menjadi 100 ml. Konsentrasi = 900 mg/l.
- Larutan V : 60 ml larutan stok standar diencerkan dengan air menjadi 100 ml. Konsentrasi = 1 200 mg/l.
- Larutan stok standar asam asetat dapat disimpan hingga 1 minggu dalam refrigerator.

12.6.4.4.4 Pengambilan

Pengambilan diambil dari wadah untuk fotografi.

12.6.4.4.5 Preparasi

Larutkan 2 ml masukkan ke dalam labu 100 ml dan impitkan.

12.6.4.3.6 Prosedur

Injek larutan standar ke HPLC sistem, siapkan kurva kalibrasi dari peak area dan konsentrasi Injek dan hitung konsentrasidalam mg/l yang dihitung dari kurva kalibrasi.

12.6.4.4.7 Evaluasi

$$C_{aa} = \frac{C_{ss}}{10\,000 \times d \text{ asam asetat}} \quad (28)$$

Keterangan :

C_{aa} = Konsentrasi asam asetat dalam % (v/v)

C_{ss} = Konsentrasi (mg/l)

$d \text{ asam asetat}$ = 1,049

12.6.5. Penentuan larutan organik dengan gravimetri

12.6.5.1 Prinsip

Penentuan komponen organik dengan penimbangan.

12.6.5.2 Standar dan pereaksi

Tidak ada

12.6.5.3 Peralatan

12.6.5.3.1 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.6.5.3.2 Tempat melebur logam (*crucible*)

12.6.5.3.3 Desikator

12.6.5.3.4 Silinder dengan kapasitas 100 ml dan 200 ml

12.6.5.3.5 Oven dengan suhu (105 ± 2) °C

12.6.5.4 Pengambilan

Pengambilan diambil dari wadah fotografi.

12.6.5.5 Preparasi

Preparasi khusus tidak dibutuhkan.

12.6.5.6 Prosedur

Penentuan kuantitatif harus dilakukan, jika terdeteksi secara kualitatif.

Dalam kasus berupa kristal, timbang wadah kemudian kosongkan. Wadah yang kosong dibersihkan dulu dengan air kemudian keringkan dalam oven dan dinginkan dalam suhu ruang, timbang wadah tersebut selisih berat adalah kandungan bahan organik dalam wadah. Jika bahan pada fotografik dengan beberapa wadah yang mengandung garam yang sama, maka setiap wadah ditimbang dan ditambahkan dalam pelaporan. Jika dalam wadah berupa larutan maka penentuannya dengan menggunakan gelas ukur.

12.6.5.7 Evaluasi

Kandungan kristal dapat diukur sesuai persamaan (25).

Konsentrasi asam asetat dihitung sesuai 12.6.4.4.7, volume asam asetat sesuai 12.6.5.6.

12.6.6 Pelaporan

Laporan uji berisi :

a. Deskripsi dan identifikasi produk dan material;

- b. Metoda uji;
- c. Laporan uji dinyatakan:
 - Daftar bahan kimia yang teridentifikasi;
 - Total berat setiap bahan kecuali asam asetat dalam g (tiga angka dibelakang koma);
 - Konsentrasi asam asetat dalam % (v/v) (0,1% dibelakang koma);
 - Volume larutan asam asetat dalam ml (tiga angka dibelakang koma).
- d. Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- e. Tanggal uji.

12.7 Penentuan pelarut organik

12.7.1 Umum

Hanya pelarut tertentu yang digunakan dalam mainan kimia dan kasus tertentu pelarut yang digunakan tidak lebih dari batas maksimum. 27 pelarut dalam Tabel 45 memerlukan identifikasi dengan nilai deteksi 0,2 %.

Tabel 45 - Pelarut/identifikasi

Pelarut	Pasal dan Tabel yang terkait yang berisi persyaratan
Aseton	9.2.2 Tabel 12
Sikloheksan	9.2.2 Tabel 12
1-pentan-3 (dietil keton)	9.2.2 Tabel 12
Etil asetat	9.2.2 Tabel 12
Etanol (etil alkohol)	9.2.2 Tabel 12; 9.3 dan 9.4 Tabel 13
Isopropil asetat	9.2.2 Tabel 12
Propan-2-ol (isopropil alkohol)	9.2.2 Tabel 12; 9.3 dan 9.4 Tabel 13
Metil asetat	9.2.2 Tabel 12
Butan-2-satu (metil etil keton)	9.2.2 Tabel 12; 9.4 Tabel 13
3-metilbutan-2-ol	9.2.2 Tabel 12
Butil asetat	9.2.2 Tabel 12
Propil asetat	9.2.2 Tabel 12
1-metoksipropan-2-ol	9.2.2 Tabel 12; 9.3 Tabel 13; 9.4 Tabel 13 dan 15
1,1 dimetoksietan	9.2.2 Tabel 12
Heksan(n-Heksan)	9.2.2 Tabel 12; 9.3 dan 9.4 Tabel 13
Fraksi minyak bumi (rentang didih 60 °C sampai 140 °C)	9.2.2 Tabel 12; 9.3 dan 9.4 Tabel 13
Fraksi minyak bumi (rentang didih 135 °C sampai 210 °C)	9.2.2 Tabel 12; 9.3 dan 9.4 Tabel 13
Propan-1,2-diol(propilen glikol)	9.3 dan 9.4 Tabel 13
2-metilpentan-2,4-diol(heksilen glikol)	9.3 dan 9.4 Tabel 13
Butan-1-ol	9.4 Tabel 15
2-metilpropan-1-ol(isobutil alkohol)	9.4 Tabel 15
1-metoksiprop-2-yl asetat	9.4 Tabel 15
3-metoksi-butil asetat	9.4 Tabel 15
Butil glukolat	9.2.1.1 Tabel 7
e- Kaprolaktam	9.2.1.1 Tabel 7
2(2-butoksietoksi)etil asetat	9.2.1.1 Tabel 7
Gliserol triasetat (triasin)	9.4 Tabel 15

Tabel B1 memberikan informasi setiap jenis contoh uji dan pelarut. 14 pelarut dalam Tabel 46 menentukan nilai deteksi minimum 0,1%.

Tabel 46 - Pelarut

Pelarut	Konsentrasi maksimum
Butil glikolat	3 %
e-caprolaktam	5 %
2(2 butoxyetoksi)etil asetat	3 %
Heksan	5 %; 0,5 % dalam cat berbasis air dan pelitur
Pelarut	Konsentrasi maksimum
2 metilpropan 1-ol(isobutil alkohol)	2 %
Butan-1-ol	2 %
Etanol(etil alkohol) Propan 2-ol(isopropil alkohol) Propan-1,2-diol(propilen glikol) 2 metilpentan-2,4-diol(heksilen glikol) 1 metoksipropan 2-ol Fraksi minyak bumi (rentang didih 60 °C sampai 140 °C) Fraksi minyak bumi (rentang didih 135 °C sampai 210 °C)	10 % (total) dalam cat berbasis air dan pelitur
1 metoksipropan-2-ol	20 % dalam cat berbasis air

12.7.2 Prinsip

Pelarut diidentifikasi dengan headspace kromatografi gas dengan detektor flame ionisation (HS-GC-FID) dengan 2 Column yang berbeda untuk membandingkan dalam identifikasi atau dengan kromatografi gas detektor mass spectro

Penentuan pelarut menggunakan teknik seperti dibawah ini tergantung volatil dan matriknya

1. HS_GC_FID untuk menentukan pelarut yang mudah menguap (mendidih pada suhu ≤ 120 °C)
2. GC-MS untuk menentukan pelarut yang tidak mudah menguap (mendidih pada suhu >120 °C)
3. GC FID untuk menentukan propan-1,2 diol

Penentuan fraksi minyak bumi berdasar pada EN 14517, 2004

12.7.3 Standar dan pereaksi

12.7.3.1 Standar

Tabel 47 - Pelarut

Bahan kimia	CAS no.	Berat jenis ^{a)} g/ml
Aseton	67-64-4	0,791
Sikloheksan	110-82-7	0,778
Pentan 3-one(dietil keton)	96-22-0	0,853
Etil asetat	141-78-6	0,902
Etanol (etil alkohol)	64-17-5	0,785
Isopropil asetat	108-21-4	0,872
Propanol 2-ol(isopropil alkohol)	67-63-0	0,785
Metil asetat	79-20-9	0,932
Butan 2 one(metil etil keton)	78-93-3	0,806
3 metilbutan 2-one(metil isopropil keton)	563-80-4	0,805

Tabel 47 - Lanjutan

Bahan kimia	CAS no.	Berat jenis ^{a)} g/ml
Butil asetat	123-86-4	0,872
Propil asetat	109-60-4	0,888
1 mettoksipropan 2-ol	107-98-2	0,922
1,1 dimetoksietan	534-15-6	0,852
Propan1,2-diol	57-55-6	1,036
2 metoksiprop-2yl asetat	108-65-6	0,969
3 metoksibutil asetat	4435-53-4	0,960
2 metilpropan-1-ol(isobutil alkohol)	78-83-1	0,803
Butan 1-ol	71-36-3	0,810
Heksan	110-54-3	0,659
Fraksi minyak bumi (mendidih 80 °C sampai 110°C) ^b	64742-89-8	-
Fraksi minyak bumi (mendidih 150 °C sampai 190 °C) ^b	64742-88-7	-
Butil glukolat	7397-62-8	1,019
Kaprolaktam	105-60-2	-
2(2butoksietoksi)etil asetat	124-17-4	0,978
Gliserol triasetat (triasetin)	102-76-1	1,155

a) Nilai berat jenis untuk bahan kimia murni

b) Fraksi minyak bumi tidak dikomersialkan

12.7.3.2 Pereaksi

Tabel 48 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no.
Dimetilformamid (DMF)	68-12-2
Natrium klorida	7647-14-5
Diklorometan	75-09-2
Metanol	67-56-1
Larutan natrium klorida 10% (air liur (saline))	

12.7.4 Peralatan

12.7.4.1 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.7.4.2 Gelas *via*/ headspace 22 ml dengan dilengkapi tutup

12.7.4.3 Labu ukur 20 ml

12.7.4.4 Labu ukur 50 ml

12.7.4.5 Labu ukur 100 ml

12.7.4.6 Peralatan gelas lainnya

12.7.4.7 Pipet dengan batasan 0,02 ml sampai 10 ml

12.7.4.8 Kertas saring

12.7.4.9 Penyaring syringe dari membran nilon 0,45 µm

12.7.4.10 Penyaring syringe, bebas zat aktif permukaan - *selulosa asetat (SFCA) membrane* 0.45µm

12.7.4.11 Headspace kromatografi gas dengan detektor flame ionisasi (HS-GC-FID)

Column polar : Polietilen glikol (ZB-Wax), 60 m x 0,32 mm (dia) x 0,5 µm

Column non polar ; Dimetilpolisiloxan (ZB-1), 60 m x 0,32 mm (dia) x 1 µm

Carrier gas : Helium

Split vent flow : 18 ml/menit (GC tanpa headspace)

Column flow : 1,19 ml/menit at 50° C

Small flow pada suhu 220° C

Column head pressure 10,5 psi
 Septum purge : 4 ml/menit
 Split vent flow 51 ml/menit (GC dengan headspace)
 Equilibration time 45 menit
 Equilibration temperature 80 °C
 Injection type : split
 Transfer line temperature 250 °C
 Detector temperature 250 °C
 Run time : 35 menit.

Tabel 49 - Program oven

Ramp	Suhu awal (°C)	Hold time (menit)	Rate °C/menit	Suhu akhir (°C)	Final hold time (menit)
1	50	1	2,5	100	
2	100	0,5	10	220	5

2.7.4.12 Kromatografi gas dengan detektor selektif massa

Column : 50% penilmetilpolisiloxan (ZB 50), 30 m x 0,25 mm(dia) x 0,25µm
 Carrier gas : helium
 Flow rate : 0,8 ml/menit
 Injection temperature 290 °C
 Injection volume : 2 µl
 Injection type : split/splitless
 Transfer line temperature 280 °C
 Detector scan : 50 m/z sampai 550 m/z
 Run time : 25 menit

Tabel 50 - Program oven

Ramp	Suhu awal (°C)	Hold time (menit)	Rate °C/menit	Suhu akhir (°C)	Final hold time (menit)
1	40	4	20	280	
2	280	4	20	300	2

12.7.4.13 Kromatografi gas dengan detektor flame ionisasi (GC FID)

Column : polietilen glikol (ZB Wax), 30 m x 0,32 mm (dia) x 0.25 µm
 Carrier gas : helium
 Flow rate : 1,6 ml/menit
 Injection temperature 250 °C
 Injection volume : 0,2 µl
 Injection type : split (split ration 100:1)
 Transfer line temperature 250 °C
 Detector temperature 250 °C
 Run time : 25 menit

Tabel 51 - Program oven

Ramp	Suhu awal (°C)	Hold time (menit)	Rate °C/menit	Suhu akhir (°C)	Final hold time (menit)
1	50	0.55	7	75	
2	75	4	4	110	6

12.7.5 Preparasi standar larutan

CATATAN Larutan stok pelarut stabil (> 10 mg/ml) disimpan dalam 6 bulan dalam refrigerator dengan suhu (4 ± 2) °C)

12.7.5.1 Larutan stok untuk identifikasi dan penentuan dari pelarut dengan HS-GC FID

Siapkan 250 mg/ml (25% m/v) larutan stok standar setiap pelarut organik yang digunakan untuk uji dengan HS-GC-FID (kecuali heksan) dengan menggunakan pipet (12.7.4.7) untuk dihitung volume pelarut (eqlvalen 12,5 g pelarut) ke dalam labu 50 ml (12.7.4.4) dan impitkan dengan DMF(12.7.3.2)

Volume setiap pelarut yang organik yang mudah menguap untuk labu 50 ml dapat dihitung sesuai persamaan :

$$V_s = \frac{V_f \times d_s}{C_{sst}} \quad (29)$$

Keterangan :

- V_s = Volume pelarut dalam ml
- V_f = Volume labu dalam ml
- C_{sst} = Konsentrasi larutan stok standar dalam mg/ml
- d_s = berat jenis pelarut dalam mg/ml

Untuk heksan, siapkan 100 mg/ml larutan stok standar lebih rendah heksan dalam DMF.

Pelarut organik yang digunakan untuk uji dengan HS-GC-FID adalah :

- Aseton
- Sikloheksan
- Pentan 3-one
- Etil asetat
- Etanol
- Isopropil asetat
- Propan 2 ol
- Metil asetat
- Butan 2 one
- 3 metilbutan 2 one
- Butil asetat
- Propil asetat
- 1 metoksipropan 2-ol
- 1,1 dimetoksietan
- 2 metilpropan 1-ol
- Butan 1-ol
- Heksan

12.7.5.2 Larutan stok untuk identifikasi dan penentuan pelarut dengan menggunakan GC-MS

Siapkan 10 mg/ml larutan stok standar setiap pelarut organik yang digunakan untuk uji dengan GC-MS dengan ditimbang 1 g pelarut ke dalam labu 100 ml (12.7.4.5) dan impitkan dengan diklorometan.

Pelarut organik yang digunakan untuk uji dengan GC-MS adalah :

- Butil asetat
- 1 metoksiprop 2 yl asetat
- 2 metilpentan 2, 4-diol
- 3 metoksi-butil asetat

- Butil glikolat
- 2-(2 butoksietoksi)etil asetat
- e-Kaprolaktam
- Gliserol triasetat
- Fraksi minyak bumi (mendidih pada 80 °C sampai 110 °C)
- Fraksi minyak bumi (mendidih pada 150°C sampai 190 °C)

12.7.5.3 Larutan stok untuk identifikasi dan penentuan propan 1,2-diol

Siapkan 10 mg/ml larutan stok standar untuk propan-1,2-diol dengan dengan menimbang 1 g propan-1,2-diol ke dalam labu 100 ml dan impitkan dengan diklorometan.

12.7.5.4 Larutan kalibrasi

CATATAN Larutan stok stabil disimpan dalam 6 bulan dalam refrigerator dengan suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

12.7.5.4.1 Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut menggunakan HS GC FID

Siapkan 50 mg/ml larutan standar dengan komposisi seperti Tabel 64 sampai Tabel 68 dengan menggunakan pipet 10 ml, ambil 250 mg/ml setiap larutan stok standar (12.7.5.1) masukkan ke dalam labu 50 ml dan impitkan dengan DMF.

Tabel 52 - Larutan standar I

Pelarut organik	Stok standar	Larutan I
Etanol	250 mg/ml	50 mg/ml
Propan 2-ol	250 mg/ml	
1 metoksipropan	250 mg/ml	

Tabel 53 - Larutan standar II

Pelarut organik	Stok standar	Larutan II
Aseton	250 mg/ml	50 mg/ml
Etil asetat	250 mg/ml	
3 metilbutan 2 one	250 mg/ml	
2 metilpropan 1-ol	250 mg/ml	

Tabel 54 - Larutan standar III

Pelarut organik	Stok standar	Larutan III
1,1 dimetoksietan	250 mg/ml	50 mg/ml
Butan 2-one	250 mg/ml	
Propil asetat	250 mg/ml	
Butan 1-ol	250 mg/ml	

Tabel 55 - Larutan standar IV

Pelarut organik	Stok standar	Larutan IV
Metil asetat	250 mg/ml	50 mg/ml
Sikloheksan	250 mg/ml	
Butil asetat	250 mg/ml	
Pentan 3 one	250 mg/ml	
Isopropil asetat	250 mg/ml	

Siapkan larutan standar 50 mg/ml untuk heksan (Tabel 68) dengan pipet 25 ml dari 100 mg/ml larutan stok standar heksan masukkan dalam labu 50 ml dan impitkan dengan DMF.

Tabel 56 - Larutan standar V

Pelarut organik	Stok standar	Larutan V
Heksan	100 mg/ml	50 mg/ml

12.7.5.4.2 Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dalam bahan berbasis cair

Dengan menggunakan pipet, siapkan larutan kalibrasi (a dan b) dalam air liur (saline) (12.7.3.2) untuk kedua larutan I dan V dalam *vial headspace* (12.7.4.2) sesuai Tabel 57. Tutup *vial* dengan baik dan kocok hingga homogen.

Tabel 57 - Larutan kalibrasi dalam air liur (saline) untuk pelarut dalam bahan berbasis cair

	Volume 50 mg/ml larutan standar ditambahkan (ml)	Volume 10% air liur (saline) yang ditambahkan (ml)	Total volume larutan standar dan air liur (saline) (ml)	Masa pelarut dalam <i>vial headspace</i> (mg)	Ekivalen konsentrasi dalam (%)
a	0,4	4,6	5,0	20	2
b	0,04	4,96	5,0	2,0	0,2

12.7.5.4.3 Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dalam bahan berbasis cair

Dengan menggunakan pipet, siapkan larutan kalibrasi (a dan b) dalam DMF untuk setiap larutan standar dari I sampai V dalam *vial headspace* sesuai Tabel 58. Tutup dan kocok hingga homogen.

Tabel 58 - Larutan kalibrasi dalam DMF untuk pelarut berbasis material

	Volume 50 mg/ml larutan standar ditambahkan (ml)	Volume 10% air liur (saline) yang ditambahkan (ml)	Total volume larutan standar dan air liur (saline) (ml)	Masa pelarut dalam <i>vial headspace</i> (mg)	Ekivalen konsentrasi dalam (%)
a	0,4	4,6	5,0	20	2
b	0,04	4,96	5,0	2,0	0,2

12.7.5.4.4 Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dalam bahan berbasis cair

Tergantung pada matrik dan pelarut, siapkan larutan kalibrasi (a sampai e) untuk butan-1-ol, 2-metilpropan-1-ol, heksan, 1-metoksipropan-2-ol, etanol, propan-2-ol dengan pipet (sesuai Tabel 59 sampai Tabel 62) DMF atau air liur (saline) (12.7.3.2) dan larutan standar (12.7.5.4.1) atau larutan stok standar (12.7.5.1) ke dalam *vial headspace*. Tutup dan kocok hingga homogen.

Tabel 59 - Larutan kalibrasi untuk penentuan pelarut dengan HS GC FID

	Volume 2 atau 3 larutan standar ditambahkan (ml)	Volume DMF ditambahkan (ml)	Total volume larutan standar dan DMF (ml)	Masa pelarut dalam vial/headspace (mg)	Equivalen konsentrasi dalam (%)
a	0,8	4,2	5,0	40	4,0
b	0,4	4,6	5,0	20	2,0
c	0,2	4,8	5,0	10	1,0
d	0,1	4,9	5,0	5,0	0,5
e	0,05	4,95	5,0	2,5	0,2

Tabel 60 - Larutan kalibrasi dalam DMF atau air liur (saline) untuk heksan

	Volume 100 mg/ml larutan stok standar ditambahkan (ml)	Volume 10% air liur (saline) atau DMF yang ditambahkan (ml)	Total volume larutan stok standar dan DMF (ml)	Masa pelarut dalam vial/headspace (mg)	Equivalen konsentrasi dalam (%)
a	1,0	4,0	5,0	100	10
b	0,8	4,2	5,0	80	8
c	0,5	4,5	5,0	50	5
d	0,2	4,8	5,0	20	2
e	0,1	4,9	5,0	10	1

Tabel 61 - Larutan kalibrasi dalam DMF untuk 1 metoksipropen 2 ol

	Volume 250 mg/ml larutan stok standar ditambahkan (ml)	Volume 10% air liur (saline) atau DMF ditambahkan (ml)	Total volume larutan stok standar dan DMF (ml)	Masa pelarut dalam vial/headspace (mg)	Equivalen konsentrasi dalam (%)
a	1,2	3,8	5,0	300	30
b	1,0	4,0	5,0	250	25
c	0,6	4,4	5,0	150	15
d	0,4	4,6	5,0	100	10
e	0,2	4,8	5,0	50	5

Tabel 62 - Larutan kalibrasi dalam air liur (saline) untuk 1 metoksipropen 2 ol, etanol dan propan 2 ol

	Volume 250 mg/ml larutan standar ditambahkan (ml)	Volume DMF yang ditambahkan (ml)	Total volume larutan standar dan DMF (ml)	Masa pelarut dalam vial/headspace (mg)	Equivalen konsentrasi dalam (%)
a	0,8	4,2	5,0	200	20
b	0,4	4,6	5,0	100	10
c	0,2	4,8	5,0	50	5

Tabel 62 - lanjutan

	Volume 250 mg/ml larutan standar ditambahkan (ml)	Volume DMF yang ditambahkan (ml)	Total volume larutan standar dan DMF (ml)	Masa pelarut dalam <i>vial</i> / headspace (mg)	Ekivalen konsentrasi dalam (%)
d	0,08	4,92	5,0	20	2
e	0,04	4,96	5,0	10	1

12.7.5.4.5 Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dengan menggunakan GC-MS

Siapkan larutan kalibrasi (a dan b) setiap pelarut (A sampai E) tertera dalam Tabel 63 dengan pipet kira-kira larutan stok standar (12.7.5.2) ke dalam labu 100 ml dan impitkan dengan diklorometan.

Tabel 63 - Larutan kalibrasi untuk identifikasi pelarut dengan GC-MS

Set	Pelarut organik	Konsentrasi larutan kalibrasi (a) mg/ml	Konsentrasi larutan kalibrasi (b) mg/ml
A	Propan 1, 2-diol	1,0	0,05
B	Butil asetat 1-metoksi 2 propilasetat 2 metilpentan 2, 4-diol 3 metoksi butil asetat	0,02	0,005
C	Butil glukolat 2 (2 butoksietoksi) etil asetat	0,25	0,05
D	Kaprolaktam Gliserol triasetat	0,02	0,005
E	Fraksi minyak bumi (rentang didih 80°C sampai 110°C) Fraksi minyak bumi (rentang didih 80°C sampai 110°C)		

12.7.5.4.6 Larutan kalibrasi untuk menentukan pelarut dengan GC-MS

Siapkan larutan kalibrasi (a sampai e) pada Tabel 64 untuk 2(2 butoksietoksi)etil asetat, Butil glukolat, Kaprolaktam, dan 3 metilpentan 2, 4-diol (sesuai Tabel 64 sampai 67) dengan pipet kira-kira 10 mg/ml larutan standar (12.7.5.2) masukkan dalam labu 100 ml dan impitkan dengan diklorometan.

Tabel 64 - Larutan kalibrasi untuk 2 (2butoksietoksi) etil asetat

Set	Volume 10 mg/ml larutan stok standar ml	Konsentrasi larutan kalibrasi mg/ml	Ekivalen konsentrasi dalam (%) (Tujuannya untuk informasi)
a	0,50	0,05	15
b	0,25	0,025	7,5
c	0,1	0,010	3
d	0,075	0,0075	2,25
e	0,005	0,0005	1,5

Tabel 65 - Larutan kalibrasi untuk butil glikolat

Set	Volume 10 mg/ml larutan stok standar ml	Konsentrasi larutan kalibrasi mg/ml	Equivalen konsentrasi dalam (%) (Tujuannya untuk informasi)
a	2,5	0,25	5
b	2,0	0,20	4
c	1,5	0,15	3
d	1,0	0,10	2
e	0,5	0,05	1

Tabel 66 - Larutan kalibrasi untuk kaprolaktam

Set	Volume 10 mg/ml larutan stok standar ml	Konsentrasi larutan kalibrasi mg/ml	Equivalen konsentrasi dalam (%) (Tujuannya untuk informasi)
a	0,2	0,20	10
b	0,1	0,10	5
c	0,08	0,008	4
d	0,06	0,006	3
e	0,05	0,005	2,5

Tabel 67 - Larutan kalibrasi untuk 2 metilpentan 2, 4 diol

Set	Volume 10 mg/ml larutan stok standar ml	Konsentrasi larutan kalibrasi mg/ml	Equivalen konsentrasi dalam (%) (Tujuannya untuk informasi)
a	0,5	0,05	15
b	0,25	0,025	7,5
c	0,10	0,010	3
d	0,075	0,0 075	2,25
e	0,005	0,005	1,5

12.7.5.4.7 Larutan kalibrasi untuk penentuan propan1,2-diol dengan GC FID

Siapkan larutan kalibrasi (a sampai e) untuk propan 1,2-diol (sesuai Tabel 68) dengan pipet ira-kira 10 mg/ml larutan standar (12.7.5.3) masukkan dalam labu 100 ml dan impitkan dengan diklorometan

Tabel 68 - Larutan kalibrasi untuk propan 1, 2-diol dengan GC FID

Set	Volume 10 mg/ml larutan stok standar ml	Konsentrasi larutan kalibrasi mg/ml	Equivalen konsentrasi dalam (%) (Tujuannya untuk informasi)
a	5,0	0,50	20
b	4,0	0,4	16
c	3,0	0,30	12
d	2,0	0,2	8
e	1,0	0,10	4
Asumsi 1 g yang diambil untuk diuji dan dilarutkan dengan pelarut sesuai 12.7.5.4.1			

12.7.6 Pengambilan uji

Untuk pengambilan uji yang diambil dari wadah. Uji terbungkus dengan berbagai macam tabung dan botol yang akan membebaskan bahan mudah menguap apabila dibuka. Pada pembukaan wadah uji harus diaduk dengan menggunakan pengaduk kaca untuk menghomogenkan. Untuk < 1 g maka seluruh uji segera dipindahkan ke tabung atau *vial*.

12.7.7 Preparasi uji

12.7.7.1 Umum

Guna meminimumkan hilangnya larutan uji segera diletakkan dalam refrigerator dengan suhu $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 1 jam sebelum dibuka.

12.7.7.2 Preparasi uji untuk identifikasi pelarut dengan HS- GC- FID

Timbang $(1 \pm 0,05)$ g masukkan ke dalam *vial*/headspace dan catat beratnya. Untuk berupa cairan tambahkan 5 ml air liur (saline) dan jika bukan cairan tambahkan 5 ml DMF. Tutup segera dan kocok sehingga larutan menjadi homogen.

12.7.7.3 Preparasi uji untuk identifikasi pelarut dengan GC-MS

CATATAN diinjek langsung ke GC tidak dianjurkan, uji tersebut dibersihkan jika diperlukan.

Sebagai pelarut identifikasi dengan teknik pelarut mudah menguap rendah.

12.7.7.3.1 Contoh uji lem berbasis cair, tener dan cat

Timbang $(1 \pm 0,05)$ g uji masukkan ke dalam labu 50 ml beaker dan tambahkan 5 ml diklorometan. Larutkan uji tersebut dengan diaduk dan disaring kertas saring ke dalam labu 20 ml (12.7.4.8) dan impitkan dengan diklorometan. Larutan lem dan cat mungkin memerlukan tambahan penyaring $0,45 \mu\text{m}$ nylon syringe (12.7.4.9) sebelum diinjek ke GC-MS.

Pipet 1 ml masukkan ke dalam botol *vial* yang dilengkapi tutup.

12.7.7.3.2 Contoh uji lem berbasis cair

Timbang $(1 \pm 0,05)$ g uji masukkan ke dalam labu 50 ml beaker dan tambahkan 5 ml air. Larutkan uji tersebut dengan diaduk dan disaring kertas saring ke dalam labu 20 ml (12.7.4.8) dan impitkan dengan metanol. Larutan uji lem mungkin memerlukan tambahan penyaring $0,45 \mu\text{m}$ surfactant free cellulose acetate (SFCA) penyaring syringe (12.7.4.10) sebelum diinjek ke GC-MS.

Pipet 1 ml uji masukkan ke dalam botol *vial* yang dilengkapi tutup.

12.7.7.3.3 Contoh uji cat berbasis cair

Timbang $(1 \pm 0,05)$ g uji masukkan ke dalam labu 50 ml beaker dan tambahkan 5 ml metanol. Larutkan uji tersebut dengan diaduk dan disaring kertas saring ke dalam labu 20 ml (12.7.4.8) dan impitkan dengan metanol. Larutan uji cat mungkin memerlukan tambahan penyaring syringe $0,45 \mu\text{m}$ surfactant free cellulose acetate (SFCA) (12.7.4.10) sebelum diinjek ke GC-MS.

12.7.7.4 Preparasi uji untuk penentuan pelarut tertentu dengan GC-MS

Penentuan 2(2butoksietoksi)etil asetat, butil glukolat, kaprolaktam dan 3 metilpentan 2, 4-diol pada larutan uji dipreparasi sesuai 12.7.7.3 yang diencerkan dengan diklorometan atau metanol sebagaimana mestinya untuk memastikan konsentrasi analit dalam rentang kalibrasi. Pengencer tertera pada Tabel 69. Pipet 1 ml larutan uji masukkan dalam botol *vial* untuk diuji dengan GC-MS.

Tabel 69 - Faktor pengenceran untuk perhitungan pelarut dengan GC-MS dan GC-FID

Pelarut	Pengencer	Faktor pengenceran
2(2butoksietoksi)etil asetat	1 ml dalam 150 ml diklorometan	150
Butil glukolat	1 ml dalam 10 ml diklorometan	10
Kaprolaktam	1 ml dalam 250 ml diklorometan	250
2 metilpentan 2, 4-diol	1 ml dalam 150 ml diklorometan	150
Propan 1, 2-diol	1 ml dalam 20 ml diklorometan	20

12.7.7.5 Preparasi untuk penentuan propan 1, 2-diol dengan GC FID

Penentuan propan 1,2-diol pada larutan uji dipreparasi sesuai 12.7.7.2 yang diencerkan dengan diklorometan atau metanol sebagaimana mestinya untuk memastikan konsentrasi analit dalam rentang kalibrasi. Pengencer tertera pada Tabel 69. Pipet 1 ml larutan uji masukkan dalam botol *vial* untuk diuji dengan GC FID.

12.7.7.6 Preparasi uji untuk penentuan fraksi minyak bumi dalam cat berbasis air dan pelitur

Timbang ($1 \pm 0,05$) g uji masukkan ke dalam gelas yang dilengkapi tutup dan tambahkan 5 ml metanol. Larutkan uji tersebut dengan diaduk dan disaring kertas saring ke dalam labu 20 ml (12.7.4.8) dan impitkan dengan metanol. Larutan uji cat mungkin memerlukan tambahan penyaring syringe 0,45 μ m bebas zat aktif permukaan – selulosa asetat (SFCA) (12.7.4.10) sebelum diinjek ke GC-MS atau GC-FID. Pipet 1 ml larutan uji masukkan dalam labu 20 ml dan impitkan dengan diklorometan.

12.7.7.7 Penentuan fraksi minyak bumi

Uji sesuai bagian 8 dari EN 14517:2004.

12.7.8 Prosedur

12.7.8.1 Identifikasi pelarut dengan HS- GC-FID

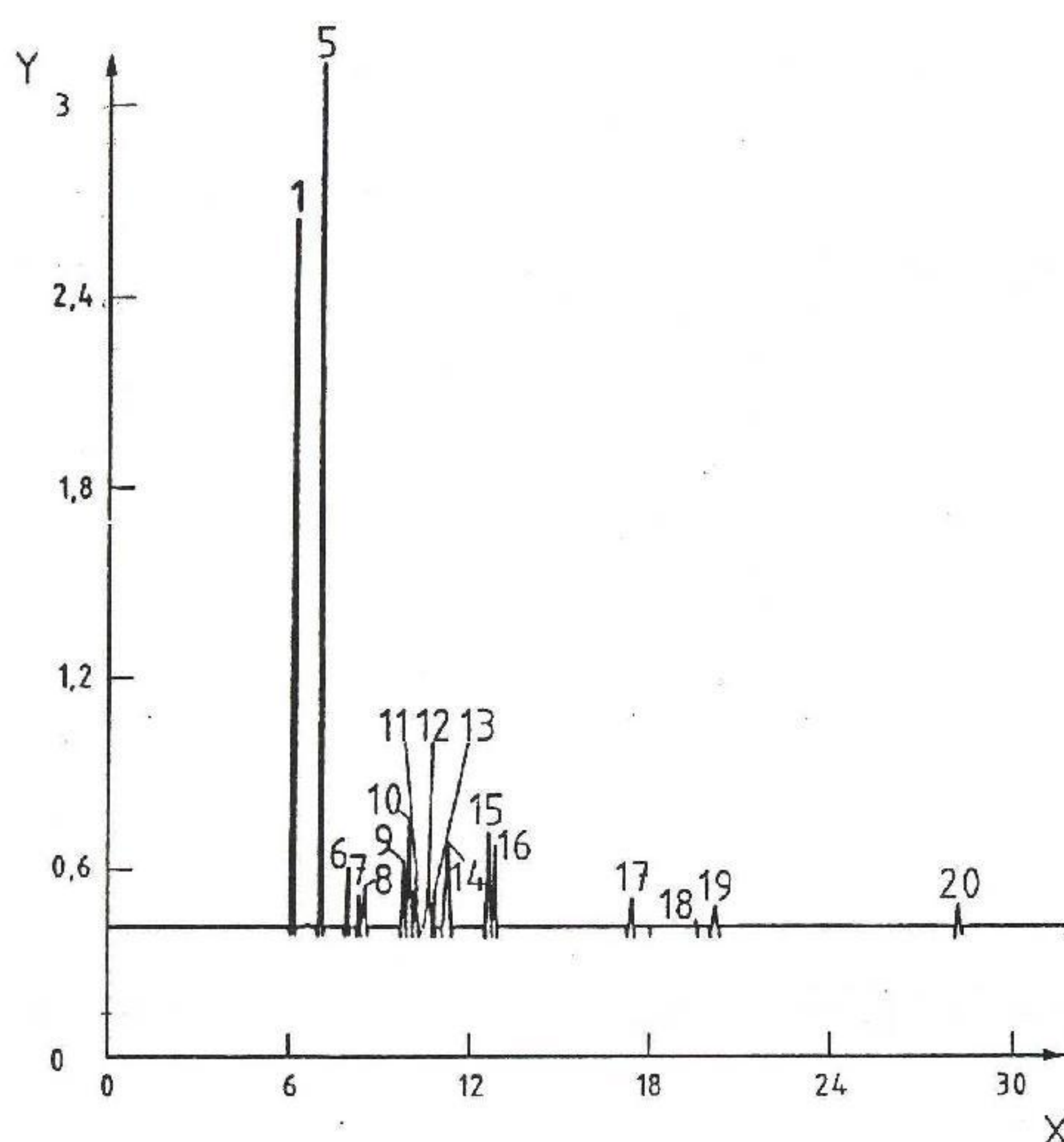
Untuk identifikasi pelarut dalam material berbasis air, dua titik grafik kalibrasi yang dibuat dengan larutan kalibrasi yang disiapkan 12.7.5.4.2.

Untuk identifikasi pelarut dalam material berbasis pelarut, dua titik grafik kalibrasi yang dibuat dengan larutan kalibrasi yang disiapkan 12.7.5.4.3.

Uji larutan kalibrasi dengan HS GC FID menggunakan kondisi seperti 12.7.4.13. Urutan pada elusi untuk pelarut pada kromatogram menggunakan 60 m x 0,32 mm x 0,50 μ m, Column polar (ZB-WAX) dapat dilihat Gambar 7 dan Tabel 70.

Tabel 70 - Tipe waktu retensi untuk pelarut menggunakan Column polar (ZB-WAX)

Peak / puncak	Pelarut	Waktu retensi (menit)	Peak / puncak	Pelarut	Waktu retensi (menit)
1	Heksan	6,18	13	Etanol	11,0
5	Sikloheksan	7,07	14	2 metilbutan 2-ol	11,1
6	1,1 dimetoksietan	7,93	15	Propil asetat	12,5
7	Aseton	8,28	16	Pentan 3-one	12,7
8	Metil asetat	8,50	17	2 metilpropan 1-ol	17,3
9	Etil asetat	9,75	18	1 metoksipropan 2-ol	17,3
10	Isopropil asetat	10,0	19	Butan 1-ol	20,1
11	Butan 2-one	10,2	20	dimetilformamid	28,1
12	Propan 2-ol	10,7			

**Catatan :**

Y Respon

X Waktu, dalam menit

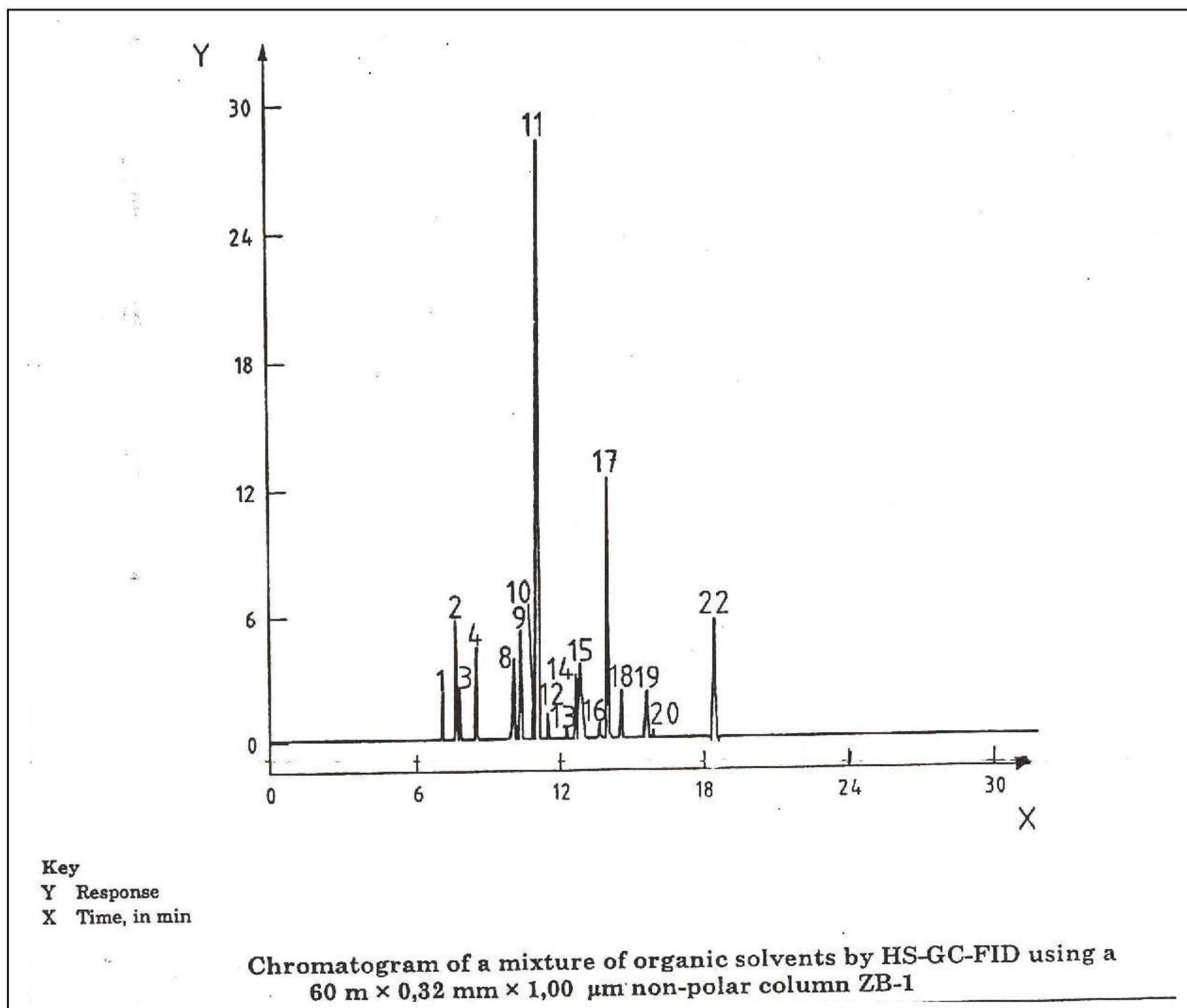
Gambar 7 – Kromatogram dari campuran pelarut organik oleh HS-GC-FID menggunakan kolom polar 60 mx 0,32 mm x 0,5 µm

Uji diuji dengan menggunakan *vial*/ headspace dipreparasi sesuai 12.7.7.2 menggunakan HS GC FID dengan kondisi sama untuk larutan kalibrasi.

Membandingkan kromatogram uji untuk mengetahui standar referen untuk identifikasi pelarut atau komponen lain. Konfirmasi identitas pelarut dengan dibandingkan waktu retensi pada alternatif Column non polar (ZB-1).

Urutan elusi pelarut dalam kromatogram menggunakan 60 m x 0,32 mm x 1,00 µm Column non polar (ZB-1) sesuai Gambar 8 dan Tabel 71.

Konfirmasi waktu retensi dan urutan elusi dapat terbentuk dan dipisahkan dalam preparasi dan langsung uji pada 250 mg/ml larutan stok standar.



Gambar 8 - Kromatogram dari campuran pelarut organik oleh HS-GC-FID menggunakan kolom polar 60 mx 0,32 mm x 1,0 μm

Tabel 71 - Tipe waktu retensi untuk pelarut dengan menggunakan Column non polar (ZB-1)

Peak / puncak	Pelarut	Waktu retensi (menit)	Peak / puncak	Pelarut	Waktu retensi (menit)
1	Etanol	7,10	14	3 metilbutan 2-one	12,8
2	Aseton	7,60	15	Butan 1-ol	13,0
3	Propan 2-ol	7,77	15	Isopropil asetat	13,0
4	Metil asetat	8,45	16	1 metoksipropan 2-ol	13,7
8	Butan 2-one	10,1	17	Sikloheksan	14,1
9	1,1 dimetoksietan	10,4	18	Pentan 3-one	14,6
10	Etil asetat	10,9	19	Propil asetat	15,6
11	Heksan	11,1	22	Dimetilformamid	18,4
12	2 metilpropan 1-ol	11,5			

12.7.8.2 Identifikasi pelarut dengan GC-MS

Disiapkan setiap uji menggunakan larutan kalibrasi sesuai 12.7.5.4.5 dengan GC-MS menggunakan kondisi seperti 12.7.4.12 dan dua titik grafik kalibrasi.

Urutan elusi pelarut dalam kromatogram sesuai Gambar 9 dan Tabel 72.

Untuk identifikasi fraksi minyak bumi (mendidih 80 °C sampai 110 °C) menggunakan *Column* 60 m.

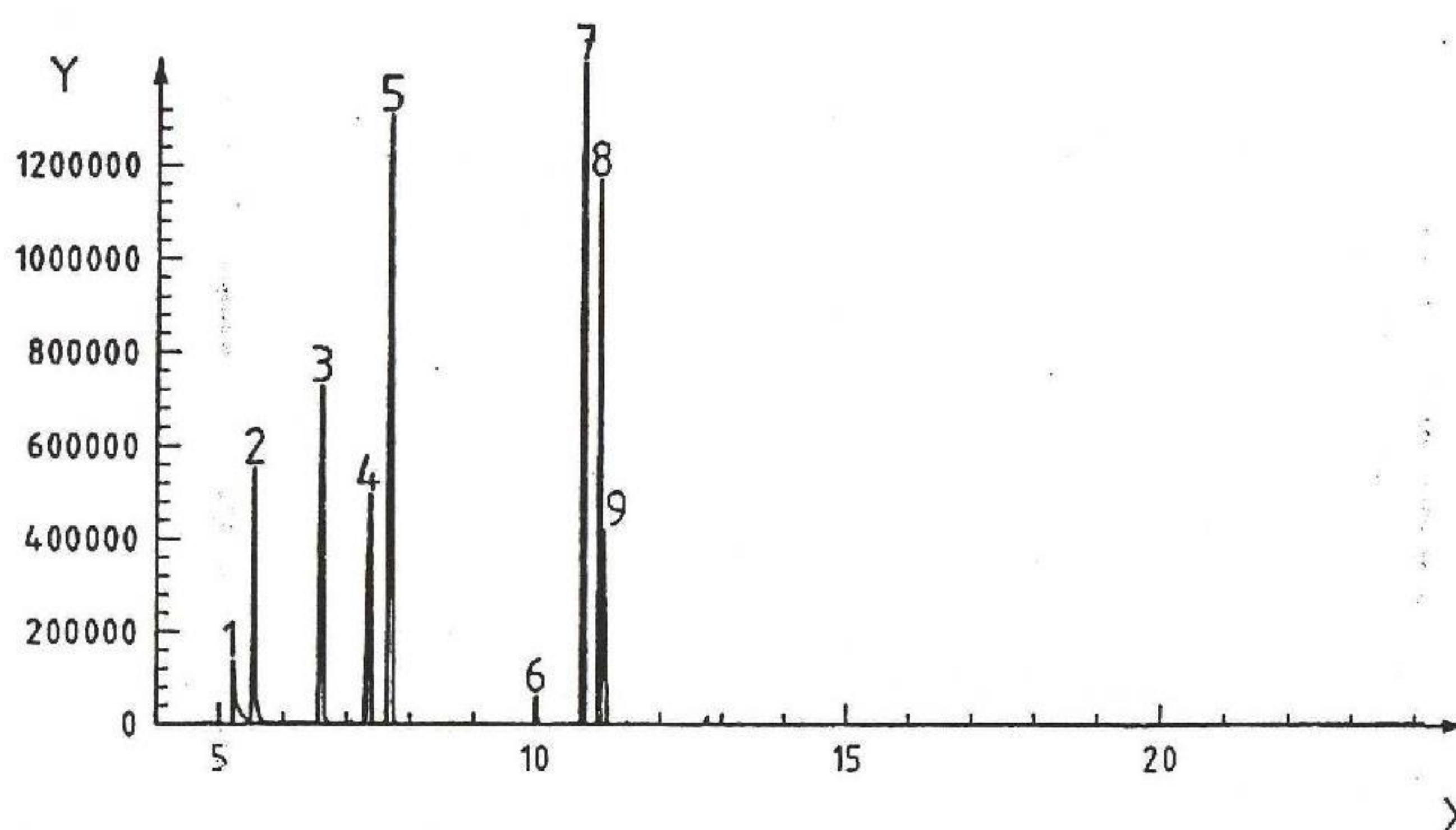
Uji disiapkan sesuai 12.7.7.3 dengan GC-MS menggunakan kondisi yang sama untuk larutan kalibrasi. Bandingkan kromatogram yang uji dengan standar referensi guna identifikasi pelarut atau komponen lainnya.

12.7.8.3 Penentuan kandungan pelarut dengan HS GC FID

Untuk setiap larutan diidentifikasi pada 12.7.8.1 yang memerlukan hitungan dengan HS GC FID, uji larutan kalibrasi secara tepat dengan mempersiapkan sesuai 12.7.5.4.5 yang ditentukan dengan kondisi 12.7.4.11. Untuk setiap identifikasi pelarut dengan membuat 5 titik kurva kalibrasi dari respon konsentrasi pelarut (mg/vial). Menguji pada *vial* headspace yang disiapkan sesuai 12.7.7.2 dengan HS GC FID yang menggunakan kondisi yang digunakan untuk larutan kalibrasi. Tentukan konsentrasi pelarut (mg/vial) dari grafik kalibrasi dan dihitung prosentase kandungan pelarut pada sesuai persamaan (30).

Tabel 72 - Tipe waktu retensi untuk pelarut tertentu uji dengan GC-MS

	Pelarut	Waktu retensi (menit)	Ion (m/z)
1	Propan 1, 2-diol	5,29	45
2	Butil asetat	5,55	43
3	1 metoksiprop 2-yl	6,61	43
4	2 metilpentan 2, 4-diol	7,35	59/43
5	3 metoksi butil asetat	7,70	43/59
6	Butil glikolat	10	57
7	2(2butiletoksi) etil asetat	10,8	48/87/57
8	Gliserol triasetat	11,0	53
9	Kaprolaktam	11,2	113/55/85

**Catatan :**

Y Respon

X Waktu, dalam menit

Gambar 9 – Kromatogram: total ion kromatogram campuran pelarut organik oleh GC-MSD

12.7.8.4 Penentuan kandungan pelarut dengan GC-MS

Untuk setiap larutan diidentifikasi pada 12.7.8.2 (kecuali fraksi minyak bumi) yang memerlukan hitungan dengan GC-MS, uji larutan kalibrasi yang tepat disiapkan sesuai 12.7.5.4.5 menggunakan kondisi sesuai 12.7.4.12. Untuk setiap diidentifikasi pelarut dengan membuat 5 titik kurva kalibrasi dari respon terhadap konsentrasi pelarut (mg/vial).

Uji larutan uji yang diencerkan sesuai 12.7.7.4 dengan GC-MS menggunakan kondisi yang digunakan larutan kalibrasi. Dari grafik kalibrasi tentukan konsentrasi pelarut dalam larutan yang diencerkan (mg/ml) dan hitung prosentase kandungan pelarut dalam dengan menggunakan persamaan (31).

12.7.8.5 Penentuan propane 1, 2-diol dengan GC FID

CATATAN Propan 1, 2-diol tidak dapat dihitung dengan GC-MS menggunakan Column non polar dengan kondisi seperti 12.7.4.12 walaupun ada efek kromatogram.

Uji larutan kalibrasi disiapkan sesuai 12.7.5.4.7 dengan GC FID dengan kondisi seperti 12.7.4.13 dan membuat 5 titik kurva kalibrasi dari respon terhadap konsentrasi pelarut. Waktu retensi propan 1, 2 diol pada 16,5 menit (khusus).

Uji larutan uji yang diencerkan disiapkan sesuai 12.7.7.5 dengan GC FID menggunakan kondisi yang sesuai untuk larutan kalibrasi. Dari grafik kalibrasi untuk menentukan konsentrasi propan 1,2-di pada larutan yang diencerkan (mg/ml) dan menghitung persentase kandungan propan 1,2-diol dalam uji menggunakan persamaan (31).

12.7.8.6 Penentuan blanko

12.7.8.6.1 Penentuan blanko dengan HS GC FID

Untuk setiap uji disiapkan larutan blanko sesuai 12.7.7.2 dengan HS GC FID dengan mengabaikan uji sesuai kondisi 12.7.4.11.

12.7.8.6.2 Penentuan larutan blanko dengan GC-MS dan GC FID

Untuk setiap uji disiapkan larutan blanko sesuai 12.7.7.3 dengan HS GC FID dengan mengabaikan uji sesuai kondisi 12.7.4.12 atau 12.7.4.13 bila memungkinkan.

12.7.9 Evaluasi dari uji

12.7.9.1 Perhitungan kandungan pelarut dengan HS- GC- FID

Konsentrasi setiap pelarut (mg/ml) dalam larutan uji yaitu langsung diinterpolasi dari grafik dan kandungan setiap pelarut (%) dalam dihitung sebagai berikut :

$$W_{sol} = \frac{W_s}{W \times 10} \quad (30)$$

Keterangan :

W_{sol} = Kandungan pelarut dalam % (b/b)
 W_s = Masa pelarut dalam mg
 W = Masa uji dalam g

12.7.9.2 Perhitungan kandungan pelarut dengan GC-MS atau GC- FID

Konsentrasi setiap pelarut (mg/ml) dalam larutan uji yaitu langsung diinterpolasi dari grafik dan kandungan setiap pelarut (%) dalam uji dihitung sebagai berikut :

$$W_{sol} = \frac{W_s \times f}{W \times 0,5} \quad (31)$$

Keterangan :

W_{sol} = Kandungan pelarut dalam % (b/b)
 W_s = Masa pelarut dalam mg
 W = Masa uji dalam g
 f = Faktor pengenceran

12.7.9.3 Perhitungan kandungan fraksi minyak bumi

Perhitungan jumlah hidrokarbon dalam fraksi minyak bumi sesuai 10.1 pada EN 14571:2004 menggunakan faktor respon untuk parafin pada Tabel 1 dari EN 14517:2004. Perhitungan kandungan total dengan ditambahkan jumlah penentuan komponen individu.

12.7.9.4 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- a. Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- b. Metoda uji;
- c. Laporan uji dinyatakan :
 - Identifikasi pelarut dan teknik untuk identifikasi pelarut menggunakan HS GC FID /GC-MS/GC FID;
 - Kandungan setiap pelarut dalam % (b/b);
 - Total kandungan, jumlah dari kandungan setiap pelarut yang teridentifikasi.

- d. Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- e. Tanggal uji.

12.8 Kombinasi untuk penentuan bahan pemlastis pada perekat berbasis pelarut, cat berbasis pelarut dan pelitur, zat pembentuk film/lapisan pada cat dan pelitur dan modifier pada cat berbasis pelarut dan pelitur

12.8.1 Prinsip

Metoda ini menjelaskan prosedur yang cocok untuk hitungan beberapa bahan pemlastis yang berbeda, zat pembentuk film dan modifier dalam perekat berbasis pelarut dan cat berbasis pelarut dan pelitur.

Contoh uji diekstrak dengan dietileter dan total ekstrak ditentukan dengan penimbangan (gravimetri). Isi bahan pemlastis dalam ekstrak ditentukan sesuai 12.3 (Penentuan kandungan bahan pemlastis pada perangkat model tanah liat yang mengandung PVC).

Zat pembentuk film ditentukan dengan kromatografi gas dengan detektor selektif massa. Kandungan modifier dihitung dari perbedaan antara total ekstrak dan kandungan bahan pemlastis dan zat pembentuk film.

Nitroselulosa dalam cat dan pelitur berbasis pelarut diidentifikasi dengan IR *spectroscopy*. Pelaporan lihat 12.8.7.

12.8.2 Penentuan total ekstraksi

12.8.2.1 Standar dan pereaksi

12.8.2.1.1 Standar

Tidak ada

12.8.2.1.2 Pereaksi

Tabel 73 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no.
Dietil eter	60-29-7
Metanol	67-56-1
Kalium hidrogen karbonat	298-14-6
Pasir	

12.8.2.2 Peralatan

12.8.2.2.1 *Centrifuge* (mesin pemisah) minimal 1 900 gram

12.8.2.2.2 Bak ultrasonik atau *shaker*

12.8.2.2.3 Evaporator

12.8.2.2.4 Oven, suhu $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$

12.8.2.2.5 Timbangan dengan ketelitian 0,1 mg

12.8.2.2.6 Erlenmeyer 50 ml dilengkapi tutupnya

12.8.2.2.7 Peralatan gelas umumnya

12.8.2.2.8 *Centrifuge* tabung, minimal 30 tabung berikut tutupnya

12.8.2.2.9 Desikator

12.8.2.3 Pengambilan uji

Pengambilan uji untuk uji diambil dari wadahnya.

12.8.2.4 Preparasi uji

Homogenkan uji cat atau pelitur dengan gelas pengaduk atau spatula sebelum ekstraksi. Untuk lem/perekat ujinya tanpa dilakukan perlakuan khusus .

12.8.2.5 Prosedur

Timbang uji ($1 \pm 0,1$) g letakkan ke dalam tabung sentrifus, tambahkan sedikit pasir dan 10 ml dietil eter. Tutup tabung sentrifus dan letakkan pada bak ultrasonik selama 15 menit.

CATATAN Sebagai pengganti bak ultrasonik, alternatif menggunakan metoda ekstraksi.

Tabung diletakkan pada mesin pemusing selama 5 menit dan pindahkan bagian yang jernih ke tabung sentrifus yang telah berisi 10 ml metanol. Jika terjadi endapan selama beberapa menit, pisahkan dengan mesin pemusing. Pindahkan bagian yang atas (mengapung) ke dalam erlenmeyer 50 ml yang dilengkapi tutup dan diuapkan dengan rotary evaporator. Keringkan erlenmeyer ke dalam oven (110 ± 2) °C. Setelah kering letakkan dalam desikator hingga dingin. Timbang dan tentukan nilai residu Tambahkan pelarut pada residu dengan menambah 50 ml dietil eter. Gunakan larutan ini untuk penentuan bahan pemlastis dan zat pembentuk film.

12.8.2.6 Evaluasi/perhitungan

Kandungan residu dalam uji dapat dihitung dengan :

$$Mr = \frac{Wr \times 100}{1\,000 \times W} \quad (32)$$

Keterangan :

Mr = Kandungan ekstrak material dalam % (b/b)
 Wr = Masa residu dalam mg
 W = Masa uji dalam g

12.8.3 Identifikasi nitroselulosa**12.8.3.1 Prinsip**

Nitroselulosa dalam cat dan pelitur berbasis pelarut diidentifikasi dengan IR Spektro

12.8.3.2 Pereaksi

Tabel 74 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no.
Kalium bromida untuk IR spektro	7758-02-3

12.8.3.3 Peralatan

12.8.3.3.1 Oven suhu (105 ± 2) °C

12.8.3.3.2 Alat pemadat untuk pelet KBr

12.8.3.3.3 FTIR Spektro

Pengukuran pada 4 000 cm⁻¹ sampai 400 cm⁻¹ Scan 32

Dengan menggunakan pelet untuk pengukuran dalam *transmission mode*

Dengan menggunakan cell ATR untuk mengukur *reflection mode*

12.8.3.4 Pengambilan uji

Lihat 12.8.2.3

12.8.3.5 Preparasi uji

Homogenkan dari cat atau pelitur dengan diaduk dengan pengaduk gelas sebelum dilakukan ekstraksi.

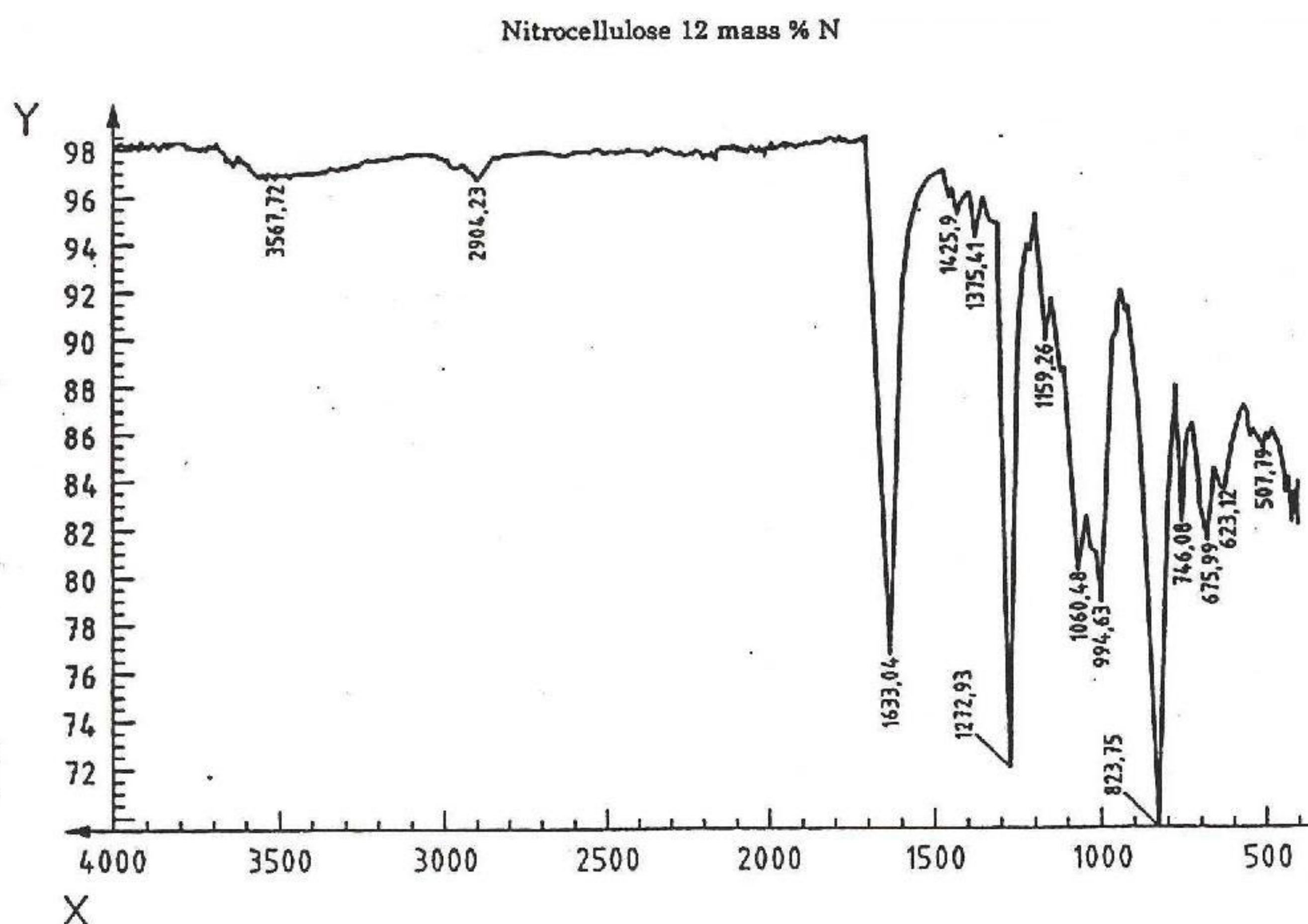
12.8.3.6 Prosedur

Keringkan cat berbasis pelarut pada oven dengan suhu (110 ± 2) °C. Gunakan residu untuk uji dengan IR. Pres residu yang kering dalam bagian alat ATR pada FTIR spektro.

CATATAN:: Identifikasi juga dapat dengan *transmission mode*.

12.8.3.7 Evaluasi hasil

Bandingkan IR *spectrum* dari nitroselusa seperti gambar 10 dengan *relevant absorbances* uji.



Catatan :

Y Refleksi, dalam %

X Angka grafik, dalam cm⁻¹

Gambar 10 - FTIR-spectrum of nitrocellulose in reflection mode

12.8.4 Penentuan bahan pemlastis

12.8.4.1 Prinsip

Penentuan bahan pemlastis dengan metoda GC-MS diuraikan dalam 12.3.

CATATAN Jika residu dari 12.8.2 < 3 %, penentuan bahan pemlastis tidak dibutuhkan. Jika mengandung nitroselulosa penentuan bahan pemlastis mengandung residu < 5 %.

12.8.4.2 Standar dan pereaksi

Lihat 12.3.2

12.8.4.3 Peralatan

Lihat 12.3.3

12.8.4.4 Preparasi larutan standar

Lihat 12.3.4

12.8.4.5 Prosedur

Dalam labu 20 ml, tambahkan 5 ml larutan ekstrak residu dari 12.8.2.6 dan impitkan dengan heksan. Siapkan (jika memungkinkan) larutan diencerkan dengan heksan sehingga konsentrasi akhir dalam larutan pada batasan kalibrasi linier untuk bahan pemlastis. Pindahkan larutan ini ke dalam *vial* untuk diuji dengan GC-MS.

Penentuan kandungan bahan pemlastis sesuai 12.3.7.5 dan 12.3.7.6.

12.8.4.6 Evaluasi

Kandungan bahan pemlastis pada dihitung sebagai berikut :

$$M_p = \frac{C_p \times 20 \text{ (ml)} \times 10}{W \times 10\,000} \times f \quad (33)$$

Keterangan :

- Mp = Kandungan bahan pemlastis pada dalam % (b/b)
 Cp = Konsentrasi kandungan bahan pemlastis dalam larutan (µg/ml)
 W = Masa uji (g)
 F = Faktor pengenceran

12.8.5 Penentuan zat pembentuk film

12.8.5.1 Prinsip

Zat pembentuk film ditentukan dengan GC-MS dalam ekstrak dari 12.8.2.5

12.8.5.2 Standar dan pereaksi

12.8.5.2.1 Standar

Tabel 75 - Bahan kimia yang digunakan untuk identifikasi dan penentuan zat pembentuk film

No	Bahan kimia	CAS no.
1	Metil tridecanoat	1713-88-0
2	Metil undecanoat	1731-86-8
3	Metil laurat	111-82-0
4	Etil Kaprat	110-38-3
5	Dodekil asetat	112-66-3
6	Etil undec 10 enoat	692-86-4
7	Dodecan 1-ol	112-53-8
8	Tridecan-1-ol	112-70-9
9	Tetradecan-1-ol	112-72-1
10	Glikol ester asam karbonik C20-C30	

12.8.5.2.2 Pereaksi

Tabel 76 - Pereaksi

Bahan kimia	CAS no
Dietil eter	60-29-7
Di isopropil eter	108-20-3
Dimetil sulfat	77-78-1
Metanol	67-56-1
Kalium hidrogen karbonat	298-14-6

CATATAN Larutan pereaksi : 0,5 M kalium hidrogen karbonat dalam metanol.

12.8.5.3 Peralatan

12.8.5.3.1 Peralatan gelas

12.8.5.3.2 Timbangan

12.8.5.3.3 Oven dengan suhu $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$

12.8.5.3.4 Kromatografi gas detektor selektif masa

12.8.5.3.4.1 Kondisi kromatografi gas untuk bahan kimia 1 s/d 9 pada Tabel 75.

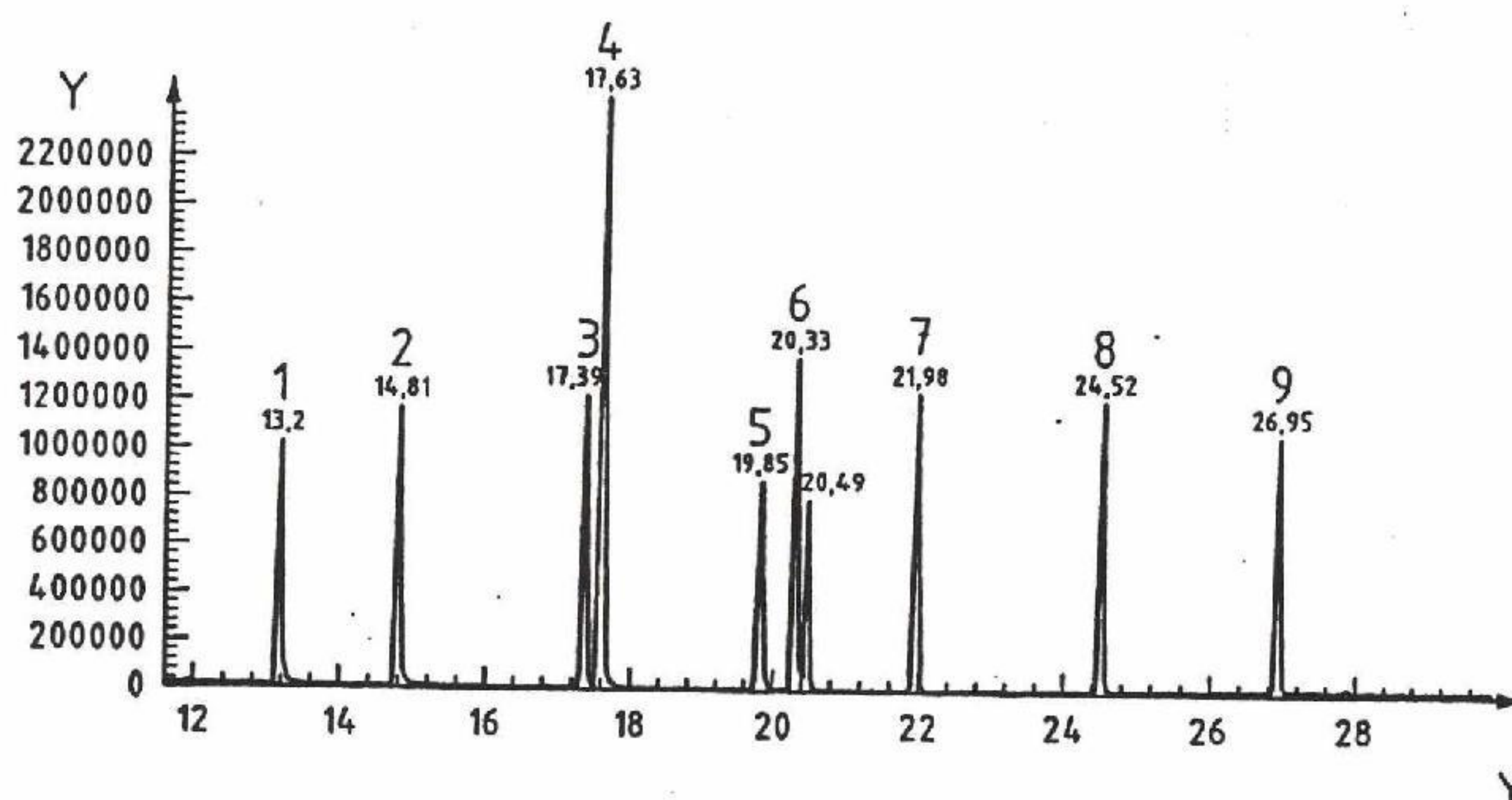
Column : Polietilen glikol (ZB – Wax), 30 m x 0,32 mm (dia) x 0,25 μm

Carrier gas : Helium, Suhu injektor 250 $^\circ\text{C}$

Injection type: splitless, Volume injek : 1 μl , Suhu detektor 320 $^\circ\text{C}$

Tabel 77 - Program oven

Ramp	Initial temp $^\circ\text{C}$	Hold time menit	Rate $^\circ\text{C}/\text{menit}$	Final temp $^\circ\text{C}$	Final hold time (menit)
1	40	5	5	260	11

**Catatan :**

Y Respon

X Waktu, dalam menit

Gambar 11 - Kromatogram film dari kromatografi gas untuk bahan kimia 1 s/d 9**12.8.5.3.4.2 Kondisi kromatografi gas**

Column : Polietilen glikol (ZB – Wax), 30 m x 0,32 mm (dia) x 0,25 µm

Carrier gas : Helium

Injection temperature: 250 °C

Injection type: slitlet

Volume injection: 1 µl

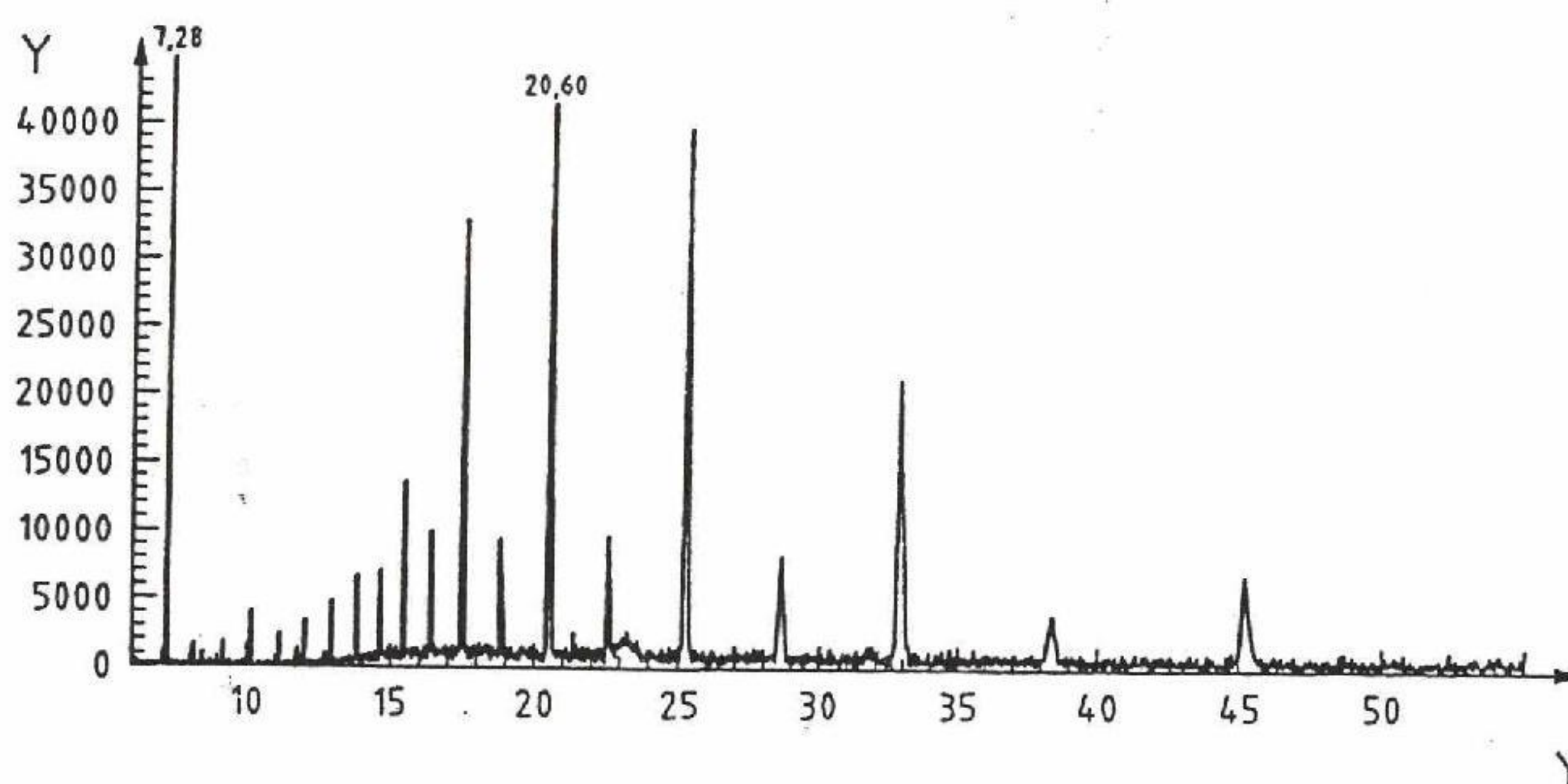
Detector temperature: 320 °C

Tabel 78 - Program oven

Ramp	Initial temp °C	Hold time menit	Rate °C/menit	Final temp °C	Final hold time (menit)
1	100	1	10	240	40

Tabel 79 - Nomor masa pada bahan kimia yang berbeda untuk SIM

Bahan kimia	m/z
Metil tridecanoat	74,87,143,185
Metil undecanoat	55,74,87
Metil laurat	74,87
Etil Kaprat	88,101,155
Dodekil asetat	83,97,98,111
Etil undec 10 enoat	69,88,101,166
Dodecan 1-ol	56,70,83, 97
Tridecan-1-ol	83,85,97
Tetradecan-1-ol	83,97,125
Luwax E	143

**Catatan :**

Y Respon

X Waktu, dalam menit

Gambar 12 - Kromatogram film dari kromatografi gas Luwax E**12.8.5.4 Preparasi larutan standar****12.8.5.4.1 Larutan stok**

Siapkan setiap larutan stok zat pembentuk film dari Tabel 75 (no.1 s/d 9), dengan melarutkan 200 mg setiap bahan kimia dalam 100 ml dietil eter ($c = 2\,000\text{ mg/l}$). Siapkan larutan stok Luwax E dengan melarutkan 50 mg bahan kimia dalam 10 ml dr 0,5 M larutan kalium hidrogen karbonat dalam metanol ($c = 5\text{ }\mu\text{g}/\mu\text{l}$).

12.8.5.4.2 Larutan kalibrasi**12.8.5.4.2.1 Larutan kalibrasi untuk bahan kimia 1 s/d 9 pada Tabel 75**

Siapkan larutan kalibrasi yang mengandung campuran bahan kimia no 1 s/d 9 dari larutan stok untuk diencerkan dengan menggunakan pipet masukan ke dalam labu 100 ml dan impitkan dengan dietil eter. Tabel 80 memperlihatkan konsentrasi setiap analit dalam larutan kalibrasi

Tabel 80 - Larutan kalibrasi bahan kimia 1 sampai 9 pada Tabel 75

x ml larutan stok/100 ml dietil eter	Konsentrasi mg/l
0,25	5
1	20
2,5	50
5	100
10	200

12.8.5.4.2.2 Larutan kalibrasi bahan kimia 10 pada Tabel 75

Siapkan larutan kalibrasi dari larutan stok yang diencerkan dengan menggunakan pipet masukkan dalam *vial* 20 ml.

Uapkan pelarut dengan nitrogen, kemudian tambahkan 2 g kalium karbonat dan 0,2 g kalium hidrogen karbonat.

Larutkan isi *vial* dengan 4 ml air. Kemudian dinginkan pada suhu ruang dan tambahkan 2 ml diisopropil eter dan 200 µl dimetil sulfat. Tutup *vial* dan letakkan pada oven atau bak air selama 1 jam suhu 65 °C, kocok setiap 5 menit.

Keluarkan lapisan eter dengan pipet dan masukkan dalam *vial* untuk diuji dengan GC-MS Tabel 81 memperlihatkan konsentrasi dalam larutan kalibrasi.

Tabel 81 - Larutan kalibrasi

x ml larutan stok/2 ml disopropil eter	Konsentrasi mg/l
50	125
100	250
200	500
500	1 250
1 000	2 500

12.8.5.4.3 Stabilitas larutan standar

Larutan stok disimpan dalam refrigerator pada suhu (4 ± 2) °C selama 3 bulan.

Pengenceran larutan stok dapat disimpan dalam refrigerator pada suhu (4 ± 2) °C selama 1 minggu.

12.8.5.5 Pengambilan uji

Lihat 12.8.2.3.

12.8.5.6 Prosedur

Encerkkan 1 ml larutan ekstrak residu disiapkan sesuai 12.8.2.5 dalam labu 100 ml dengan dietil eter.

Larutan contoh uji diuji dengan GC-MS pada kondisi 12.8.5.3.4. Pilih masa sesuai karakteristik setiap komponen dengan bantuan full scan spectrum untuk kuantitas pada SIM modus (Tabel 79).

Jika zat pembentuk film terdeteksi, rekoveri yang dilakukan oleh standar sebagai berikut sampel uji yang duplikat. Menguji yang pertama langsung seperti dijelaskan bagian atas. Uji yang kedua yang diketahui nilai analit (larutan standar) ditambahkan sesuai 12.8.2.5 dan 12.8.5.6.

CATATAN Penambahan standar/rekoveri dilakukan pada saat ujiidentifikasi yang sama.

12.8.5.7 Evaluasi

Nilai zat pembentuk film dihitung dari peak/puncak area pada komponen individu.

Dengan kurva kalibrasi yang dibentuk dari larutan kalibrasi.

Perhitungan rekoveri menggunakan konsentrasi analit dari dua uji.

$$Rek = \frac{(C_{fa+std} - C_{fa})}{C_{std}} \times 100 \quad (34)$$

Keterangan :

Rek	rekoveri dalam % (b/b)
Cfa+std	Konsentrasi zat pembentuk film ditambah standar (mg/l)
Cfa	Konsentrasi zat pembentuk film (mg/l)
Cstd	Konsentrasi standar larutan (mg/l)

Konsentrasi zat pembentuk film pada uji, koreksi untuk rekoveri, dihitung sebagai berikut :

$$M_{fa} = \frac{C_{fa} \times 2 \times 100}{1\,000 \times 1\,000 \times W} \times \frac{100}{Rek} \quad (35)$$

Keterangan:

M _{fa}	Kandungan zat pembentuk film dalam % (b/b)
C _{fa}	Konsentrasi zat pembentuk film (mg/l)
W	Masa (g)
Rek	Rekoveri dalam % (b/b)

12.8.6 Penentuan modifier

Kandungan modifier dapat dihitung dari kandungan residu, kandungan bahan pemlastis dan zat pembentuk film sesuai 12.8.2.6, 12.8.4.6 dan 12.8.5.7.

Konsentrasi modifier dalam perekat berbasis pelarut dihitung sebagai berikut :

$$M_{m, sba} = r - M_p \quad (36)$$

Keterangan :

M _{m, sba}	= Kandungan modifier pada perekat berbasis pelarut dalam % (b/b)
r	= Kandungan residu dalam % (b/b)
M _p	= Kandungan bahan pemlastis dalam % (b/b)

Kandungan modifier dalam cat dan pelitur berbasis pelarut

$$M_{m, sbpl} = M_r - M_{fa} - M_p \quad (37)$$

Keterangan :

M _{m, sbpl}	= Kandungan modifier pada cat dan pelitur berbasis pelarut dalam % (b/b)
M _r	= Kandungan residu dalam % (b/b)
M _{fa}	= Kandungan zat pembentuk film dalam % (b/b)
M _p	= Kandungan bahan pemlastis dalam % (b/b)

12.8.7 Pelaporan

Laporan uji berisi :

- Diskripsi dan identifikasi produk dan material;
- Metoda uji;
- Laporan uji dinyatakan :
 - Daftar bahan kimia yang teridentifikasi
 - Total kandungan bahan pemlastis, zat pembentuk film dan modifier dalam % (b/b) sekitar 0,1 %
- Setiap penyimpangan dari prosedur uji yang telah ditentukan;
- Tanggal uji.

Lampiran A
(normatif)
Lingkungan, kesehatan dan pengamanan

Ketika mempersiapkan standar ini, diberikan pertimbangan untuk meminimalkan dampak lingkungan yang disebabkan oleh penggunaan metoda uji.

Ini merupakan tanggung jawab analis guna menggunakan teknik yang aman dan tepat dalam penanganan bahan-bahan dalam metoda uji yang ditetapkan pada standar Eropa.

- Konsultasi dengan pabrikan untuk rincian tertentu seperti lembar data keamanan bahan dan rekomendasi lainnya.
- Penggunaan kacamata dan baju kerja selama dilaboratorium.
- Hati-hati dengan senyawa, apabila beracun dan/atau bersifat karsinogen.
- Menggunakan ruang asamselama mempersiapkan larutan organik.
- Larutan harus dibuang sesuai dengan persyaratan lingkungan.



Lampiran B

(informatif)

Kandungan pelarut dalam berbagai matrik dan konsentrasi maksimum yang diijinkan

Tabel B1 - Kandungan pelarut dalam berbagai matrik dan konsentrasi maksimum yang diijinkan

Pelarut/larutan	Perekat berbasis air	Perekat berbasis pelarut	Cat dan pernis berbasis air	Cat dan pernis berbasis pelarut	Minyak cat dan pembersih berbasis pelarut	Teknik
Aseton		> 0,1 %				HS-GC-FID
Sikloheksan		> 0,1 %				HS-GC-FID
Pentan-3-one		> 0,1 %				HS-GC-FID
Etilasetat		> 0,1 %				HS-GC-FID
Etanol		> 0,1 %	< 10 %	> 0,1 %	> 0,1 %	HS-GC-FID
Isopropil asetat		> 0,1 %				HS-GC-FID
Propan-2-ol		> 0,1 %	< 10 %	> 0,1 %	> 0,1 %	HS-GC-FID
Metil asetat		> 0,1 %				HS-GC-FID
Butan-2-one		> 0,1 %		> 0,1 %	> 0,1 %	HS-GC-FID
3-metilbutan-2-one		> 0,1 %				HS-GC-FID
Butil asetat		> 0,1 %				GC-MS
Propil asetat		> 0,1 %				HS-GC-FID
1-metoksipropan-2-ol		> 0,1 %	< 10 %	< 20 %	< 0,1 %	HS-GC-FID
1,1-dimetoksietan		> 0,1 %				HS-GC-FID
Propan-1,2-diol			< 10 %	> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS/FID
2-metilpentan-2,4-diol			< 10 %	> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS
2-metilpropan-1-ol						HS-GC-FID
Butan-1-ol						HS-GC-FID
1-metoksiprop-2-yl asetat		< 20 %		> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS
3-metoksi-butil asetat				> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS
Heksan		> 0,1 %	≤ 5 %	≤ 5 %	≤ 5 %	HS-GC-FID
Fraksi minyak bumi (Titik didih 60°-140°C)		> 0,1 %	> 0,1 %	> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS EN 14517 : 2004
Fraksi minyak bumi (Titik didih 135°-210°C)		> 0,1 %	> 0,1 %	> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS EN 14517 : 2004
Butil glikolat	≤ 3 %	≤ 3 %				GC-MS
ε-Kaprolaktam	≤ 5 %	≤ 5 %				GC-MS
2-(2-butoksietoksi)etil asetat	≤ 3 %	≤ 3 %				GC-MS
Gliserol triasetat				> 0,1 %	> 0,1 %	GC-MS

Lampiran C
(informatif)

Metoda pengujian awal untuk penentuan unsur dalam keramik dan bahan dilapisi porselen/kaca

Tabel C.1 Dapat digunakan untuk penentuan unsur dalam pengujian awal dan hanya satu unsur yang ada dalam mainan. Jika nilai-nilai batas dilampui, prosedur total perhitungan untuk kuantifikasi pada komponen individu akan diterapkan ke 12.2.9.1. Beberapa senyawa yang akan ditentukan tidak berhubungan dengan stoikiometrik.

Tabel C.1 – Kandungan dari unsur

Senyawa	Kandungan maks %	Unsur yang interes	Faktor untuk perhitungan kandungan unsur dalam senyawa ^{a)}	Konsentrasi maksimum unsur dalam senyawa yang diijinkan %
SnO ₂	10	Sn	0,787 6	7,88
CuO	0,25	Cu	0,798 9	0,20
CoO.Al ₂ O ₃	3	Co	0,333 2	1,00
ZrSiO ₄ +V ₂ O ₄	5	V	0,291 8	1,46
ZrSiO ₄ +Pr ₂ O ₃	5	Pr	0,549 2	2,75
ZrSiO ₄ +Fe ₂ O ₃	5	Fe	0,325 6	1,63
Fe ₂ O ₃ ^{b)}	5	Fe	0,669 4	3,50
ZrSiO ₄ ^{b)}	15	Zr	0,497 6	7,46

^{a)}Dihitung berdasarkan asumsi bahwa komposisi campuran atau oksida ganda dalam stoikiometri

^{b)}Untuk unsur yang berisi lebih dari 1 senyawa (sebagai Fe dan Zr) jumlah yang dihitung dengan nilai tertinggi

Bibliografi

BS EN-71-5:2006, *Safety of toys – Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets*

BS EN 14517: 2004, *Methods of test for petroleum and its products. BS 2000-526: Liquid petroleum products. Determination of hydrocarbon types and oxygenates in petrol. Multidimensional gas chromatography method*

